
**Qualité de l'eau — Détermination
d'agents de traitement et de produits
d'usine sélectionnés — Méthode
utilisant une micro-extraction en
phase solide (MEPS) suivie d'une
chromatographie en phase gazeuse-
spectrométrie de masse (CG-SM)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Water quality — Determination of selected plant treatment agents
and biocide products — Method using solid-phase microextraction
(SPME) followed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd84e0ea-9c3a-4c46-916c-a3f3c832194f/iso-27108-2010>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 27108:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd84e0ea-9c3a-4c46-916c-a3f3c832194f/iso-27108-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2013

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Interférences	2
4.1 Interférences lors de l'échantillonnage.....	2
4.2 Interférences lors du mode opératoire d'extraction.....	2
4.3 Interférences lors du mode opératoire de chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse.....	3
5 Réactifs	4
6 Appareillage	6
7 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon	7
8 Mode opératoire	7
8.1 Préparation des échantillons et extraction.....	7
8.2 Chromatographe en phase gazeuse.....	8
8.3 Identification des composés individuels par CG-SM.....	8
8.4 Mesurage des valeurs à blanc.....	9
9 Étalonnage	9
9.1 Exigences générales.....	9
9.2 Étalonnage avec un étalon interne couvrant le mode opératoire total.....	10
10 Calcul	11
11 Expression des résultats	12
12 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes en phase gazeuse pour les composés énumérés dans le Tableau 1	13
Annexe B (informative) Spectres de masse des composés du Tableau 1 (balayage complet, impact électronique, 70 eV)	23
Annexe C (informative) Données de fidélité	36
Annexe D (informative) Informations générales sur la micro-extraction en phase solide (MEPS)	38
Bibliographie	39

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 27108 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 27108:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd84e0ea-9c3a-4c46-916c-a3f3c832194f/iso-27108-2010>

Introduction

Au cours de ces dernières années, la contamination des eaux souterraines et des eaux de surface par les pesticides est devenue un sujet de préoccupation d'ordre public. L'identification et la quantification des pesticides à des concentrations présentes à l'état de traces nécessitent souvent des équipements chromatographiques de grande sensibilité et des étapes d'enrichissement effectives. Dans l'analyse d'échantillons aqueux, les techniques de préparation des échantillons, y compris l'extraction en phase solide (EPS), constituent souvent les étapes les plus chronophages et peuvent, dans un grand nombre de cas, être efficacement remplacées par la micro-extraction en phase solide (MEPS).

Lors de l'utilisation de la présente Norme internationale, il est possible que l'on soit amené, dans certains cas, à déterminer si et dans quelle mesure des problèmes particuliers nécessiteront la spécification de conditions particulières.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 27108:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd84e0ea-9c3a-4c46-916c-a3f3c832194f/iso-27108-2010>

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 27108:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd84e0ea-9c3a-4c46-916c-a3f3c832194f/iso-27108-2010>

Qualité de l'eau — Détermination d'agents de traitement et de produits d'usine sélectionnés — Méthode utilisant une micro-extraction en phase solide (MEPS) suivie d'une chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la quantité d'agents de traitement et de produits d'usine sélectionnés dissous dans l'eau potable, les eaux souterraines et les eaux de surface par micro-extraction en phase solide (MEPS) suivie d'une chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM). La limite de la détermination dépend de la matrice, du composé spécifique à analyser et de la sensibilité du spectromètre de masse. Pour la plupart des agents de traitement et de produits d'usine auxquels la présente Norme internationale s'applique, elle est d'au moins 0,05 µg/l. Les données de validation relatives à une gamme de concentrations comprises entre 0,05 µg/l et 0,3 µg/l ont été démontrées lors d'un essai interlaboratoires.

Cette méthode peut être applicable à d'autres composés qui ne sont pas explicitement traités dans la présente Norme internationale ou à d'autres types d'eau. Toutefois, il est nécessaire de vérifier l'applicabilité de cette méthode à ces cas particuliers.

NOTE Les déterminations selon la présente Norme internationale sont effectuées sur des petites quantités d'échantillon (par exemple, volumes d'échantillon compris entre 8 ml et 16 ml).

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

3 Principe

Les substances étudiées sont extraites de l'échantillon d'eau par micro-extraction en phase solide (MEPS) selon leur équilibre de distribution. L'extraction est effectuée par une fibre de silice fondue chimiquement

modifiée dont la surface est revêtue d'un adsorbant polymère approprié. Durant l'extraction, la fibre est immergée dans l'échantillon liquide. À l'issue de la procédure d'extraction, la fibre est ramenée dans l'aiguille, retirée du flacon à échantillon, puis introduite directement dans l'injecteur du chromatographe en phase gazeuse. Les analytes sont transférés vers la colonne CG par désorption thermique.

Les analytes sont séparés, identifiés et quantifiés par chromatographie en phase gazeuse sur capillaire avec détection par spectrométrie de masse (CG-SM) utilisant un mode d'ionisation par impact électronique.

Tableau 1 — Agents de traitement et produits d'usine déterminés par cette méthode

Nom	Formule moléculaire	Numéro CAS	Masse molaire	Numéro de référence dans les exemples de chromatogrammes de la Figure		
			g/mol	A.1	A.2	A.3
Dichlobénil	C ₇ H ₃ Cl ₂ N	1194-65-6	172,0	1	1	1
Déséthylatrazine	C ₆ H ₁₀ ClN ₅	6190-65-4	187,6	2	2	3
Déséthylterbuthylazine	C ₇ H ₁₂ ClN ₅	30125-63-4	201,7	3	3	2
Simazine	C ₇ H ₁₂ ClN ₅	122-34-9	201,7	4	4	7
Atrazine	C ₈ H ₁₄ ClN ₅	1912-24-9	215,7	6	5	5
Lindane	C ₆ H ₆ Cl ₆	58-89-9	290,8	7	6	8
Terbuthylazine	C ₉ H ₁₆ ClN ₅	5915-41-3	229,7	8	7	6
Métribuzine	C ₈ H ₁₄ N ₄ OS	21087-64-9	214,3	9	8	14
Parathion-méthyl	C ₈ H ₁₀ NO ₅ PS	298-00-0	263,2	10	9	11
Heptachlore	C ₁₀ H ₅ Cl ₇	76-44-8	373,3	11	10	9
Terbutryne	C ₁₀ H ₁₉ N ₅ S	886-50-0	241,4	12	11	12
Aldrine	C ₁₂ H ₈ Cl ₆	309-00-2	364,9	13	12	10
Métolachlore	C ₁₅ H ₂₂ ClNO ₂	51218-45-2	283,8	14	13	13
Parathion-éthyl	C ₁₀ H ₁₄ NO ₅ PS	56-38-2	291,3	15	14	15
<i>exo</i> -Heptachlore-époxyde	C ₁₀ H ₅ Cl ₇ O	1024-57-3	389,3	16	16	16
Pendiméthaline	C ₁₃ H ₁₉ N ₃ O ₄	40487-42-1	281,3	17	15	17
<i>endo</i> -Heptachlore-époxyde	C ₁₀ H ₅ Cl ₇ O	28044-83-9	389,3	18	17	18
Triclosan	C ₁₂ H ₇ Cl ₃ O ₂	3380-34-5	289,5	19	18	19
Dieldrine	C ₁₂ H ₈ Cl ₆ O	60-57-1	380,9	20	19	20
Carfentrazone-éthyle	C ₁₅ H ₁₄ Cl ₂ F ₃ N ₃ O ₃	128639-02-1	412,2	21	20	21
Diflufénican	C ₁₉ H ₁₁ F ₅ N ₂ O ₂	83164-33-4	394,3	22	21	22
Méfenpyr-diéthyl	C ₁₆ H ₁₈ Cl ₂ N ₂ O ₄	135590-91-9	373,2	23	22	23

4 Interférences

4.1 Interférences lors de l'échantillonnage

Pour éviter toute interférence, prélever les échantillons comme spécifié à l'[Article 7](#), en observant les instructions spécifiées dans l'ISO 5667-1 et l'ISO 5667-3.

4.2 Interférences lors du mode opératoire d'extraction

Les fibres de MEPS disponibles dans le commerce présentent souvent des niveaux de qualité différents. D'un lot à l'autre, on observe également des variations fréquentes de sélectivité des matériaux susceptibles

d'entraîner des écarts notables de rendement d'extraction. Cela n'altère pas fondamentalement leur aptitude, hormis le fait qu'elles présentent une limite de détection plus élevée des substances individuelles.

Des fibres conditionnées de manière inadéquate donnent souvent lieu à des rendements d'extraction plus faibles et à une mauvaise reproductibilité des résultats; les fibres neuves doivent donc être soumises à un conditionnement préalable conformément à l'[Article 8](#). Les fibres usagées doivent être également conditionnées en exécutant la procédure MEPS dans son intégralité en utilisant au moins deux flacons d'échantillonnage contenant uniquement de l'eau ([5.1](#)), avant de commencer avec le premier échantillon d'une séquence d'analyse de nouveaux échantillons.

La sensibilité des fibres diminue progressivement lors d'une série d'échantillons. Par conséquent, il est recommandé d'effectuer des mesures régulières de la solution de référence lors de l'analyse de la série d'échantillons (voir [9.1](#)). La fibre est utilisable tant que la méthode montre que la sensibilité requise est maintenue pour les substances étudiées.

L'ajout de chlorure de sodium à l'échantillon entraîne une nette amélioration du rendement d'extraction pour la plupart des substances énumérées dans le [Tableau 1](#). L'ajout de sel courant (à une concentration proche de la saturation) est donc recommandé. Certaines substances énumérées dans le [Tableau 1](#) montrent un effet inverse qui, dans la majorité des cas, est plus faible. Le fait d'ajouter du sel à des concentrations inférieures à 20 % de la concentration de saturation (par exemple environ 0,5 g de NaCl dans un échantillon d'eau de 8 ml) entraîne une détérioration de la reproductibilité. Il est important d'ajouter exactement la même quantité de sel à tous les échantillons lors d'une séquence d'étalonnage et/ou d'une séquence d'analyse des échantillons.

Suite à une utilisation prolongée, il est possible que des dépôts de sel s'accumulent dans l'aiguille métallique de la seringue du support de fibre. Les dépôts de sel se produisent toujours lorsque l'aiguille de la seringue du support de fibre est immergée dans l'échantillon d'eau au cours de l'extraction. Ces dépôts peuvent endommager les fibres et le revêtement de l'injecteur. En conséquence, ajuster la profondeur d'immersion de façon précise et, si nécessaire, rincer abondamment l'aiguille de la seringue de MEPS pour dissoudre le sel incrusté.

Afin de s'assurer que les mesures sont effectuées avec une exactitude et une fidélité élevées, il est nécessaire que le temps d'extraction reste constant (par exemple 60 min) au cours d'une séquence d'analyse pour tous les échantillons. Il est vivement recommandé d'utiliser un dispositif d'échantillonnage automatique avec une option MEPS.

En cas de fonctionnement automatique, utiliser de préférence des flacons d'échantillonnage avec un septum mince (par exemple d'une épaisseur comprise entre 0,9 mm et 1,3 mm) afin d'éviter tout problème mécanique lors du perçage du septum du flacon à échantillon à l'aide de l'aiguille métallique de la seringue.

NOTE Cela est particulièrement important lors de l'utilisation de systèmes d'échantillonnage automatiques qui font tourner les flacons, car l'aiguille métallique de la seringue (y compris la fibre exposée) peut être endommagée lors de l'extraction.

L'extraction de certaines des substances énumérées dans le [Tableau 1](#) selon le mode opératoire décrit à l'[Article 8](#) dépend de la température. En règle générale, des rendements d'extraction un peu plus élevés sont obtenus à des températures plus faibles. Il est nécessaire de maintenir constante la température d'extraction (par exemple 30 °C) au cours d'une séquence d'analyse pour tous les échantillons afin d'obtenir des rendements d'extraction reproductibles.

4.3 Interférences lors du mode opératoire de chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse

Les interférences peuvent être causées, par exemple par le système d'injection utilisé ou par une séparation inadéquate des analytes. Des opérateurs expérimentés, utilisant les informations fournies dans les notices des instruments, peuvent être capables de minimiser ce type d'interférence. Une vérification régulière du système de chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse est

nécessaire pour maintenir un niveau de performance approprié. Il convient que le système requis soit régulièrement vérifié à l'aide d'un étalon CG.

Vérifier la profondeur de pénétration requise des fibres pour la désorption thermique dans l'injecteur du chromatographe en phase gazeuse. La profondeur de pénétration correspond au point le plus chaud de l'injecteur et doit être maintenue constante durant une séquence de mesure.

5 Réactifs

Les réactifs doivent être exempts d'impuretés susceptibles d'interférer avec l'analyse CG-SM.

Utiliser des solvants et des réactifs d'une pureté suffisante, c'est-à-dire contenant des impuretés en concentration négligeable par rapport à la concentration des analytes à déterminer. En ce qui concerne les réactifs, utiliser, autant que possible, des réactifs de «grade résiduel» ou mieux afin d'obtenir de faibles concentrations de blancs. Vérifier par des déterminations à blanc et, si nécessaire, exécuter des opérations de nettoyage supplémentaires.

5.1 Eau, conforme aux exigences de l'ISO 3696, qualité 1 ou équivalente.

5.2 Gaz porteurs pour chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse, de grande pureté et conformes aux spécifications du fabricant.

5.3 Chlorure de sodium, NaCl.

5.4 Solvants, par exemple acétate d'éthyle, $C_4H_8O_2$; acétone (propanone), C_3H_6O ; acétonitrile, CH_3CN .

Pour la préparation de solutions mères de substances de référence individuelles (5.9.2), utiliser le solvant approprié. Toutefois, il est recommandé de préparer des solutions mères multi-composants (5.9.3) en utilisant de l'acétone ou de l'acétate d'éthyle.

5.5 Solution d'hydroxyde de sodium, $w(NaOH) = 25\%$ fraction massique.

5.6 Acide chlorhydrique, $w(HCl) = 25\%$ fraction massique ou **acide sulfurique**, $w(H_2SO_4) = 12,5\%$ fraction massique.

5.7 Thiosulfate de sodium pentahydraté, $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$.

5.8 Étalon interne, par exemple atrazine- d_5 , lindane- d_6 ou parathion-éthyl- d_{10} .

En ce qui concerne l'étalon interne, choisir une substance ayant des propriétés physiques et chimiques (par exemple comportement à l'extraction, temps de rétention) similaires à celles de la substance à déterminer. Il convient que l'étalon interne ne soit pas présent dans l'échantillon à analyser. Le choix d'une substance peut être difficile et il peut dépendre de la nature du problème à résoudre; dans tous les cas, il convient de vérifier l'aptitude de la substance. Il est vivement recommandé d'utiliser, comme étalon interne, une substance marquée au deutérium ou une substance enrichie en ^{13}C parmi celles énumérées dans le [Tableau 1](#). Il peut être avantageux d'utiliser plus d'un étalon interne.

Préparer des solutions mères de substances étalons internes individuelles en procédant de la même manière que celle spécifiée pour les substances de référence individuelles (5.9.2).

5.9 Substances de référence

5.9.1 Généralités

Substances de référence (énumérées dans le [Tableau 1](#)) de concentration définie, appropriées pour la préparation de solutions mères et pour la préparation de solutions de référence multi-composants aqueuses dopées utilisées pour l'étalonnage du mode opératoire total ([9.2](#)).

5.9.2 Solutions mères de substances de référence individuelles

Par exemple, introduire 50 mg d'une substance de référence dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml ([6.6](#)), dissoudre dans un solvant approprié ([5.4](#)) et compléter jusqu'au trait repère avec le même solvant.

Conserver les solutions mères à des températures comprises entre 1 °C et 5 °C conformément à l'ISO 5667-3, à l'abri de la lumière. Les solutions sont stables pendant au moins 12 mois.

NOTE La congélation des solutions mères est également possible et cette pratique est courante.

5.9.3 Solutions mères multi-composants de substances de référence

Par exemple, transvaser 1 ml de chacune des solutions des substances individuelles ([5.9.2](#)) et des substances étalons internes ([5.8](#)) dans une fiole jaugée de 100 ml ([6.6](#)) et compléter jusqu'au trait repère avec de l'acétate d'éthyle ou de l'acétone ([5.4](#)).

Conserver les solutions mères multi-composants à des températures comprises entre 1 °C et 5 °C, à l'abri de la lumière. Elles sont stables pendant au moins 6 mois.

5.9.4 Solutions de référence multi-composants aqueuses utilisées pour l'étalonnage du mode opératoire total

Préparer la solution de référence aqueuse pour l'étalonnage du mode opératoire total de la manière suivante.

Mesurer 100 ml d'eau, par exemple dans une fiole jaugée à un trait ([6.6](#)) et ajouter un barreau magnétique.

Placer la fiole sur un agitateur magnétique et mettre celui-ci en marche.

À l'aide d'une microseringue, mesurer un volume de 10 µl de solution mère multi-composants ([5.9.3](#)) et l'introduire sous la surface de l'eau agitée. Poursuivre l'agitation pendant 5 min environ avec la fiole fermée.

Régler la vitesse d'agitation de manière à éviter toute formation de tourbillon.

Préparer des solutions de référence de concentrations plus élevées et moins élevées de la même manière en utilisant des solutions mères multi-composants ([5.9.3](#)) préparées en conséquence. Il convient que toutes les solutions de référence aqueuses appropriées pour un étalonnage multipoint contiennent des volumes égaux d'étalon interne.

Ne pas diluer les solutions aqueuses dopées.

Toujours garder le volume de dopage constant.

NOTE Un petit volume de dopage (par exemple 10 µl dans 100 ml d'eau) est recommandé pour éviter toute interférence du solvant lors du processus d'adsorption par la fibre des analytes étudiés.

Conserver les solutions de référence à des températures comprises entre 1 °C et 5 °C, à l'abri de la lumière. Il est possible qu'elles ne soient plus stables au bout de quelques jours; par conséquent, elles doivent être préparées chaque jour de travail.

6 Appareillage

L'équipement ou les parties de celui-ci qui sont susceptibles de venir au contact de l'échantillon ou de son extrait doivent être exempts de résidus générant des interférences. Il est recommandé d'utiliser des récipients en verre, en acier inoxydable ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

Équipement de laboratoire courant et, en particulier, les éléments suivants.

6.1 Fioles à échantillons, par exemple en verre fumé, à fond plat, munies de bouchons en verre ou revêtues de PTFE, par exemple d'une capacité de 100 ml ou 250 ml.

6.2 Flacons à échantillons en verre (flacons à espace de tête), munis de bouchons (6.3), par exemple d'une capacité de 10 ml ou 20 ml.

6.3 Bouchons sertis, munis de septa revêtus de PTFE (par exemple bouchons magnétiques munis de septa en butyle/PTFE, d'épaisseur comprise entre 0,9 mm et 1,3 mm).

NOTE Les flacons à espace de tête disponibles dans le commerce sont habituellement munis d'une collerette à bride adaptée pour un septum de 3 mm. Un septum plus mince (par exemple d'une épaisseur comprise entre 0,9 mm et 1,1 mm) nécessite l'utilisation de flacons adaptés munis d'une collerette à bride de plus grande épaisseur. Sinon, une bague d'épaisseur perforée (par exemple en caoutchouc naturel ou en butyle, d'épaisseur 1,3 mm) peut être placée entre le septum et le bouchon serti.

6.4 Outil de sertissage et pince à décapsuler (par exemple outil de sertissage manuel et pince à décapsuler, 20 mm).

6.5 Éprouvettes graduées, par exemple, de capacité 100 ml ou 250 ml, ISO 4788[3] classe A.

6.6 Fioles jaugées à un trait, par exemple, de capacité 10 ml, 25 ml, 50 ml et 100 ml, ISO 1042[2] classe A.

6.7 Pipettes à un volume, de capacités comprises entre 1 ml et 50 ml, ISO 648[1] classe A.

6.8 Microseringues, par exemple de capacités comprises entre 5 µl et 50 µl.

6.9 Agitateur magnétique, y compris des barreaux magnétiques d'agitation revêtus de PTFE de taille appropriée.

6.10 Appareil de chromatographie en phase gazeuse sur capillaire avec détecteur par spectrométrie de masse (CG-SM) utilisant le mode d'ionisation par impact électronique, alimentation en gaz conforme aux instructions des fabricants respectifs.

6.11 Injecteur CG sans discrimination, par exemple en mode «splitless» d'un système d'injection de type «split/splitless» ou vaporisateur à température programmée (VTP).

6.12 Dispositif d'échantillonnage automatique avec option MEPS, comprenant une seringue MEPS et le logiciel nécessaire.

6.13 Fibres MEPS, par exemple 10 mm, à phases «polyacrylate» moyennement polaires (revêtement PA: 85 µm, par exemple) ou à phases «polydiméthylsiloxane/divinylbenzène» bipolaires (revêtement PDMS/DVB: 65 µm, par exemple). D'autres fibres que celles mentionnées ci-dessus peuvent également être utilisées. Toutefois, il est nécessaire de vérifier leur sensibilité pour les substances étudiées (voir 9.1).

NOTE Il s'est avéré que les phases «polyacrylate» (PA 85) étaient les plus sensibles pour les substances énumérées dans le Tableau 1.

Utiliser de préférence des aiguilles de calibre 23 (notamment en combinaison avec un système d'entrée de chromatographie en phase gazeuse sans septum). Si un système d'injection à septum est utilisé, il convient d'utiliser des aiguilles de calibre 24 pour réduire l'évidement du septum.

6.14 Colonnes capillaires, pour chromatographie en phase gazeuse (des exemples de chromatographes figurent en [Annexe A](#)). Il est avantageux d'utiliser des colonnes non polaires (par exemple une colonne 5 % phénylsiloxane, à faible taux de fuite).

6.15 Filtre en fibre de verre borosilicaté, diamètre de fibre compris entre 0,75 µm et 1,5 µm, avec liant inorganique.

6.16 Centrifugeuse, par exemple capable d'atteindre 2 000 r/min avec des tubes à centrifuger appropriés.

6.17 pH-mètre, muni d'électrodes.

7 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon

Prélever les échantillons en procédant comme spécifié dans l'ISO 5667-1 et l'ISO 5667-3.

Pour l'échantillonnage, utiliser des fioles en verre à fond plat ([6.1](#)) soigneusement nettoyées. Rincer les fioles et les bouchons avec l'eau devant être prélevée.

Remplir complètement les fioles avec l'eau à analyser.

Déchlorer les échantillons d'eau contenant du chlore en ajoutant immédiatement du thiosulfate de sodium pentahydraté ([5.7](#)), de façon à obtenir une concentration d'environ 100 mg/l.

Traiter et analyser les échantillons aussitôt que possible après le prélèvement des échantillons comme spécifié dans l'ISO 5667-3. Conserver les échantillons à des températures comprises entre 1 °C et 5 °C, à l'abri de la lumière.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation des échantillons et extraction

Éliminer toute matière en suspension, par exemple par filtration de l'échantillon à travers un filtre en fibre de verre ([6.15](#)) ou par centrifugation ([6.16](#)).

NOTE La filtration ou la centrifugation de l'eau potable n'est pas obligatoire.

La valeur du pH de l'échantillon d'eau ne doit être ajustée que si elle est inférieure à $6 \pm 0,2$ ou supérieure à $8 \pm 0,2$. Dans ce cas, ajuster la valeur du pH à $7 \pm 0,2$ en utilisant une solution d'acide chlorhydrique ([5.6](#)), d'acide sulfurique ([5.6](#)) ou d'hydroxyde de sodium ([5.5](#)).

Ajouter l'étalon interne ([5.8](#)) dissous dans l'acétate d'éthyle ou l'acétone ([5.4](#)) (par exemple en ajoutant une aliquote de 10 µl à un volume d'échantillon de 100 ml tel que décrit en [5.9.4](#)).

Par exemple, mesurer exactement un volume de 8 ml (ou 16 ml) de l'échantillon d'eau analysé et le verser dans un flacon à espace de tête ([6.2](#)) de 10 ml (ou 20 ml). Le volume mesuré doit être égal à la fois pour l'étalonnage et pour le mesurage de l'échantillon.

Choisir le volume de l'échantillon de sorte qu'il y ait une distance de 15 mm à 25 mm entre le niveau du liquide et le bord support du flacon.

ATTENTION — Cela est particulièrement important dans les systèmes automatiques qui font tourner les flacons à échantillons, entraînant une rotation de l'aiguille métallique de la seringue (y compris la fibre exposée) durant l'extraction, afin d'éviter tout problème mécanique (rupture de fibre ou d'aiguille). Tenir compte des informations fournies en [4.2](#), alinéa 6.