
Air intérieur —

Partie 14:

**Dosage des polychlorobiphényles (PCB)
de type dioxine et des polychlorodibenzo-
p-dioxines (PCDD)/polychloro-
dibenzofuranes (PCDF) totaux (en phase
gazeuse et en phase particulaire) —
Extraction, purification et analyse par
chromatographie en phase gazeuse haute
résolution et spectrométrie de masse**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standard not certified)
ISO 16000-14:2009
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/abb53809-6747-4268-8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009>

Indoor air —

Part 14: Determination of total (gas and particle-phase) polychlorinated dioxin-like biphenyls (PCBs) and polychlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans (PCDDs/PCDFs) — Extraction, clean-up and analysis by high-resolution gas chromatography and mass spectrometry



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 16000-14:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du 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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction	vii
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et termes abrégés	2
4 Principe	5
5 Appareillage et matériel de laboratoire	5
6 Analyse	8
7 Exigences minimales pour l'extraction et la purification	16
8 Identification et quantification	16
9 Critères d'assurance qualité applicables aux blancs de mode opératoire	22
10 Récupération	23
11 Calcul et présentation des résultats	24
12 Mesures de sécurité	25
13 Caractéristiques de performance	25
14 Interférences	28
Annexe A (informative) Structure, toxicité et calcul des équivalents toxiques	29
Annexe B (informative) Exemple de purification des PCB/PCDD/PCDF et de séparation des PCB des PCDD/PCDF	34
Annexe C (informative) Analyse par GC/MS	38
Annexe D (informative) Masses des ions pour les PCDD/PCDF et les PCB	44
Annexe E (informative) Interférences	46
Annexe F (normative) Solutions d'étalonnage pour l'étalonnage du système GC/MS	49
Annexe G (informative) Écarts-types, limites de détection et concentrations dans l'air intérieur des PCB	53
Bibliographie	55

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 16000-14 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 6, *Air intérieur*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ISO 16000 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Air intérieur*:

- *Partie 1: Aspects généraux de la stratégie d'échantillonnage*
- *Partie 2: Stratégie d'échantillonnage du formaldéhyde*
- *Partie 3: Dosage du formaldéhyde et d'autres composés carbonylés — Méthode par échantillonnage actif*
- *Partie 4: Dosage du formaldéhyde — Méthode par échantillonnage diffusif*
- *Partie 5: Stratégie de d'échantillonnage pour les composés organiques volatils (COV)*
- *Partie 6: Dosage des composés organiques volatils dans l'air intérieur des locaux et enceintes d'essai par échantillonnage actif sur le sorbant Tenax TA[®], désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse utilisant MS/FID*
- *Partie 7: Stratégie d'échantillonnage pour la détermination des concentrations en fibres d'amiante en suspension dans l'air*
- *Partie 8: Détermination des âges moyens locaux de l'air dans des bâtiments pour caractériser les conditions de ventilation*
- *Partie 9: Dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement — Méthode de la chambre d'essai d'émission*
- *Partie 10: Dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement — Méthode de la cellule d'essai d'émission*
- *Partie 11: Dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement — Échantillonnage, conservation des échantillons et préparation d'échantillons pour essai*

- *Partie 12: Stratégie d'échantillonnage des polychlorobiphényles (PCB), des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD), des polychlorodibenzofuranes (PCDF) et des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)*
- *Partie 13: Dosage des polychlorobiphényles (PCB) de type dioxine et des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD)/polychlorodibenzofuranes (PCDF) totaux (en phase gazeuse et en phase particulaire) — Collecte sur des filtres adsorbants*
- *Partie 14: Dosage des polychlorobiphényles (PCB) de type dioxine et des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD)/polychlorodibenzofuranes (PCDF) totaux (en phase gazeuse et en phase particulaire) — Extraction, purification et analyse par chromatographie en phase gazeuse haute résolution et spectrométrie de masse*
- *Partie 15: Stratégie d'échantillonnage du dioxyde d'azote (NO₂)*
- *Partie 16: Détection et dénombrement des moisissures — Échantillonnage par filtration*
- *Partie 17: Détection et dénombrement des moisissures — Méthode par culture*
- *Partie 18: Détection et dénombrement des moisissures — Échantillonnage par impaction*
- *Partie 23: Essai de performance pour l'évaluation de la réduction des concentrations en formaldéhyde par des matériaux de construction sorptifs*
- *Partie 24: Essai de performance pour l'évaluation de la réduction des concentrations en composés organiques volatils et en composés carbonyles sans formaldéhyde, par des matériaux de construction sorptifs*

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les parties suivantes sont en cours de préparation:

- *Partie 19: Stratégie d'échantillonnage des moisissures*
ISO 16000-14:2009
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-8913-d1d6c0e46592/iso-16000-14-2009>
- *Partie 25: Dosage de l'émission de composés organiques semi-volatils de produits de construction — Méthode de la micro-chambre*
- *Partie 26: Stratégie de mesure du dioxyde de carbone (CO₂)*
- *Partie 28: Évaluation sensorielle des émissions des matériaux et des produits de construction*

Les parties suivantes sont prévues:

- *Partie 20: Détection et dénombrement des moisissures — Échantillonnage à partir de poussières domestiques*
- *Partie 21: Détection et dénombrement des moisissures — Échantillonnage à partir de matériaux*
- *Partie 22: Détection et dénombrement des moisissures — Méthodes moléculaires*
- *Partie 27: Méthode normalisée pour l'analyse quantitative des fibres d'amiante dans la poussière*

En outre,

- l'ISO 12219-1^[2] (en préparation), *Air intérieur — Véhicules routiers — Partie 1: Enceinte d'essai d'un véhicule complet — Spécification et méthode de détermination des composés organiques volatils dans les habitacles de voitures,*
- l'ISO 16017-1^[4], *Air intérieur, air ambiant et air des lieux de travail — Échantillonnage et analyse des composés organiques volatils par tube à adsorption/désorption thermique/chromatographie en phase gazeuse sur capillaire — Partie 1: Échantillonnage par pompage, et*

— l'ISO 16017-2^[5], *Air intérieur, air ambiant et air des lieux de travail — Échantillonnage et analyse des composés organiques volatils par tube à adsorption/désorption thermique/chromatographie en phase gazeuse sur capillaire — Partie 2: Échantillonnage par diffusion*

traitent plus particulièrement des mesurages liés aux composés organiques volatils (COV).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16000-14:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009>

Introduction

L'ISO 16000 (toutes les parties) spécifient les exigences générales relatives au mesurage des polluants de l'air intérieur et aux conditions importantes à observer avant et pendant l'échantillonnage de polluants individuels ou de groupes de polluants, ainsi que les modes opératoires de mesurage proprement dits (voir l'Avant-propos).

La présente partie de l'ISO 16000 s'applique à l'extraction, à la purification et à l'analyse dans l'air intérieur, de polychlorobiphényles (PCB), de polychlorodibenzo-*p*-dioxines (PCDD), et de polychlorodibenzofuranes (PCDF). L'échantillonnage des PCB, PCDD/PCDF est décrit dans l'ISO 16000-13. L'ISO 16000-13 et l'ISO 16000-14 font toutes deux partie du mode opératoire complet de mesurage des PCB/PCDD/PCDF.

La stratégie d'échantillonnage pour l'analyse des PCB, des PCDD/PCDF et des HAP dans l'air intérieur est spécifiée dans l'ISO 16000-12.

Plusieurs PCB et PCDD/PCDF sont considérés comme étant potentiellement cancérigènes pour l'Homme. Il existe 209 PCB individuels (congénères), 75 PCDD et 135 PCDF. Les PCB les plus toxiques sont les PCB coplanaires dont la structure est similaire à celle des PCDD. La PCDD la plus toxique est la 2,3,7,8-tétrachlorodibenzo-*p*-dioxine (2,3,7,8-TCDD).

Les PCB sont principalement émis dans l'air intérieur par l'étanchéification des bétons, certaines peintures ou des condensateurs électriques. Tous ont récemment été interdits. Les principales sources de PCDD/PCDF dans l'air intérieur sont les impuretés des produits de préservation du bois, qui contiennent du pentachlorophénol (PCP), et les émissions d'incendies impliquant des produits chlorés. Les émissions et le sol amené des décharges ou de sites industriels abandonnés situés à proximité des bâtiments peuvent aussi contribuer à la présence de PCB et de PCDD/PCDF dans l'environnement intérieur.

La concentration totale en PCB de l'air extérieur urbain est généralement comprise entre 10 pg/m³ et plusieurs centaines de picogrammes par mètre cube. Dans l'air extérieur urbain, les PCDD/PCDF se trouvent habituellement à des concentrations extrêmement faibles, par exemple de l'ordre de quelques femtogrammes par mètre cube. Les PCB et les PCDD/PCDF peuvent être répartis entre les phases gazeuse et particulaire de l'air ambiant ou de l'air intérieur, en fonction de la température, de l'humidité, du degré de chloration, de leur concentration et de la capacité à s'associer à la matière particulaire en suspension. Ces composés, en particulier ceux dont la pression de vapeur est supérieure à 10⁻⁸ kPa, ont tendance à s'évaporer des filtres à particules au cours de l'échantillonnage. Par conséquent, un piège de condensation supplémentaire est présent pour garantir l'efficacité de l'échantillonnage. L'analyse séparée du filtre et du piège de condensation ne permet pas d'obtenir la distribution des phases atmosphériques d'origine à température ambiante normale en raison de la volatilisation des composés dans le filtre. Par conséquent, il convient de ne pas réaliser ce type d'analyse.

La présente partie de l'ISO 16000 est basée sur l'EN 1948-2^[6], l'EN 1948-3^[7], le CEN/TS 1948-4^[8], l'EPS I/RM/23/M^[9], l'EPA SW 846 Méthode 8280B^[10], le VDI 2464-2^[11], le VDI 3498-1^[12], le VDI 3498-2^[13] et les Références [14] à [16].

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16000-14:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009>

Air intérieur —

Partie 14:

Dosage des polychlorobiphényles (PCB) de type dioxine et des polychlorodibenzo-*p*-dioxines (PCDD)/polychlorodibenzofuranes (PCDF) totaux (en phase gazeuse et en phase particulaire) — Extraction, purification et analyse par chromatographie en phase gazeuse haute résolution et spectrométrie de masse

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 16000 connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 16000 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.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16000 spécifie les modes opératoires d'extraction, de purification, et d'analyse pour le dosage des polychlorobiphényles (PCB), des polychlorodibenzo-*p*-dioxines (PCDD) et des polychlorodibenzofuranes (PCDF) prélevés dans l'air intérieur sur des filtres à particules garnis de mousse en polyuréthane (PUF). La méthode intègre des analyses spécifiques par chromatographie en phase gazeuse haute résolution combinée à la spectrométrie de masse haute résolution (HRGC/HRMS).

Cette méthode génère des données quantitatives précises pour les tétra- à décachlorobiphényles et les tétra- à octachlorodibenzo-*p*-dioxines/dibenzofuranes (en termes de concentrations totales pour chaque série isomère). Elle est capable de détecter des concentrations de 0,2 pg/m³ ou moins pour la plupart des PCB et des PCDF/PCDD, pour des volumes d'air prélevés atteignant 360 m³ ou plus dans certains cas. Toutefois, il n'est pas toujours possible de détecter tous les analytes présents à des concentrations de 0,2 pg/m³ ou moins, en particulier lorsque les volumes prélevés sont plus faibles.

La fidélité prévisible dans des conditions normales peut atteindre ± 25 % ou plus et l'incertitude ± 50 % ou plus.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. 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 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*

ISO 16000-13:2008, *Air intérieur — Partie 13: Dosage des polychlorobiphényles (PCB) de type dioxine et des polychlorodibenzo-*p*-dioxines (PCDD)/polychlorodibenzofuranes (PCDF) totaux (en phase gazeuse et en phase particulaire) — Collecte sur des filtres adsorbants*

3 Termes, définitions et termes abrégés

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1.1

PCB de type dioxine

PCB non *ortho* et mono-*ortho* présentant une affinité pour le récepteur hydrocarbure aryle (Ah) et dont les effets toxicologiques sont similaires à ceux des PCDD/PCDF substitués en positions 2, 3, 7 et 8, d'après l'OMS

NOTE 1 Voir Référence [17].

NOTE 2 Voir Tableaux A.1 et A.2.

[ISO 16000-13:2008]

3.1.2

PCB marqueur

l'un des six PCB

NOTE Les six PCB marqueurs sont les PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 et PCB-180.

3.1.3

marquage

ajout de PCB étalons marqués au $^{13}\text{C}_{12}$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16000-13:2008]

[ISO 16000-14:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009)

3.1.4

caractéristique de performance statistique

mesurage quantifiant les écarts possibles de valeurs dosées provenant de la part aléatoire du procédé de mesurage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009>

EXEMPLE Répétabilité (voir l'ISO 9169^[1]).

3.1.5

blanc de site

échantillon non exposé mais marqué du support d'échantillonnage [par exemple filtre, piège en mousse de polyuréthane (PUF) ou cartouche d'échantillonnage complète], amené sur le site et soumis à la totalité du mode opératoire analytique, y compris l'extraction, la purification et l'identification

NOTE Cette valeur de mesurage est nécessaire pour assurer qu'il n'y a pas eu de contamination significative au cours de l'ensemble des phases du processus de mesurage et pour vérifier que l'opérateur est capable d'effectuer une quantification d'un niveau correspondant à l'étude.

[ISO 16000-13:2008]

3.1.6

blanc analytique

échantillon non exposé, mais marqué d'un réactif ou d'un support d'échantillonnage soumis à la totalité du mode opératoire analytique, y compris l'extraction, la purification et l'identification

[ISO 16000-13:2008]

3.1.7**étalon de prélèvement**

marqueur ajouté au support d'échantillonnage avant l'échantillonnage afin de déterminer l'efficacité globale de la méthode

[ISO 16000-13:2008]

EXEMPLE PCB, PCDD ou PCDF marqués au $^{13}\text{C}_{12}$.

3.1.8**étalon d'extraction**

marqueur ajouté au support d'échantillonnage avant l'extraction qui sert au calcul des résultats

[ISO 16000-13:2008]

EXEMPLE PCB, PCDD ou PCDF marqués au $^{13}\text{C}_{12}$.

3.1.9**étalon de récupération**

marqueur ajouté à la solution échantillon avant injection dans le chromatographe en phase gazeuse

EXEMPLE PCB, PCDD ou PCDF marqués au $^{13}\text{C}_{12}$.

3.1.10**congénère**

substance qui appartient au groupe chimique des PCB, PCDD ou PCDF

NOTE Comprend les 209 PCB, les 75 PCDD et les 135 PCDF individuels.

[ISO 16000-13:2008]

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009>

3.1.11**isomère**

PCB, PCDD ou PCDF de composition élémentaire identique, mais de structure différente

[ISO 16000-13:2008]

EXEMPLE Parmi les chlorobiphényles, le 1-chlorobiphényle et le 2-chlorobiphényle. Les PCDD et les PCDF présentent également ce phénomène.

3.1.12**profil chromatographique**

représentation des niveaux de concentrations des substances chromatographiées

EXEMPLE Des profils chromatographiques peuvent être réalisés pour les PCB, les PCDD et les PCDF.

3.1.13**limite de détection****LOD**

(hydrocarbures aromatiques chlorés dans l'air intérieur) valeur moyenne obtenue pour le blanc plus trois fois l'écart-type, $3s$, du blanc

NOTE Adapté à partir de la Référence [18].

3.1.14**limite de quantification**

valeur moyenne obtenue pour le blanc plus cinq fois, six fois ou dix fois l'écart-type du blanc

NOTE Adapté à partir de la Référence [18].

3.1.15

facteur d'équivalence toxique de l'Organisation mondiale de la santé

TEF-OMS

valeur attribuée à la toxicité individuelle d'une dibenzodioxine, d'un dibenzofurane ou d'un PCB de type dioxine par rapport à l'effet toxique du 2,3,7,8-TCDD

NOTE Le TEF-OMS a été proposé par l'OMS en 1997. Voir la Référence [17] et l'Annexe B.

3.1.16

équivalent toxique de l'Organisation mondiale de la santé

TEQ-OMS

produit de la masse dosée multipliée par le **TEF-OMS** (3.1.15) correspondant

NOTE 1 Des souscrits sont utilisés pour différencier les classes de composés, TEQ_{PCB}-OMS et TEQ_{PCDD/F}-OMS.

NOTE 2 Voir l'Annexe A.

3.1.17

facteur d'équivalence toxique international

I-TEF

valeur attribuée à la toxicité des dibenzodioxines, des dibenzofuranes et de certains PCB de type dioxine chlorés en positions 2, 3, 7 et 8

NOTE Voir l'Article A.3.

3.2 Termes abrégés

iTeh STANDARD PREVIEW

HpCB	heptachlorobiphényle
HpCDD	heptachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxine
HpCDF	heptachlorodibenzofurane
HRGC	chromatographie en phase gazeuse haute résolution
HRMS	spectrométrie de masse haute résolution
HxCB	hexachlorobiphényle
HxCDD	hexachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxine
HxCDF	hexachlorodibenzofurane
I-TEF	facteur d'équivalence toxique international
OCDD	octachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxine
OCDF	octachlorodibenzofurane
PCB	polychlorobiphényle
PCDD	polychlorodibenzo- <i>p</i> -dioxine
PCDF	polychlorodibenzofurane
PeCB	pentachlorobiphényle
PeCDD	pentachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxine
PeCDF	pentachlorodibenzofurane
PTFE	polytétrafluoroéthylène
TCDD	tétrachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxine
TCDF	tétrachlorodibenzofurane
TeCB	tétrachlorobiphényle
TEF-OMS	facteur d'équivalence toxique de l'Organisation mondiale de la santé
TEQ-OMS	équivalent toxique de l'Organisation mondiale de la santé

4 Principe

La séparation, la détection et la quantification des PCB/PCDD/PCDF collectés dans l'air intérieur sur des filtres à particules garnis de supports d'échantillonnage en mousse polyuréthane, combinés et extraits ensemble, sont réalisées par HRGC/HRMS, en utilisant la technique de la dilution isotopique. Les modes opératoires d'extraction sont normalement basés sur l'extraction au Soxhlet à l'aide de toluène ou d'un solvant équivalent. La purification des échantillons est habituellement réalisée via des méthodes de chromatographie liquide multicolonne basées sur des adsorbants spécifiques. L'objectif principal du mode opératoire de purification est l'élimination des composés et contaminants co-collectés pendant le prélèvement, et qui peuvent surcharger la méthode de séparation, interférer avec la quantification ou encore réduire fortement les performances des étapes d'identification et de quantification. La purification permet également d'enrichir en analytes l'extrait d'échantillon final. Les PCB sont séparés des PCDD/PCDF par désorption en utilisant des volumes de solvant différents sur une colonne d'alumine.

Il convient que le chromatographe en phase gazeuse soit équipé d'un programmeur de température et que tous les accessoires nécessaires, gaz et seringues notamment, soient disponibles. Il convient que l'injecteur soit adapté aux colonnes capillaires. Des injecteurs sans division de débit, des injecteurs sur la colonne ou des injecteurs à aiguille mobile peuvent être utilisés. Il est important d'utiliser la même technique et le même volume d'injection pour toutes les analyses. Il convient que le système HRMS fonctionne en mode d'ionisation par impacts électroniques. Il convient de maintenir le pouvoir de résolution statique de l'instrument à 10 000 ou plus (définition de la vallée de 10 %). Il convient d'utiliser le HRMS en mode SIM (détection d'ions sélectionnés) avec un temps de cycle total inférieur ou égal à une seconde.

L'extrait destiné au dosage des PCB et l'extrait destiné au dosage des PCDD/PCDF contiennent des étalons d'extraction ajoutés avant l'extraction, et des étalons de récupération ajoutés avant la quantification par GC (voir les Tableaux 1 et 2). La HRGC est utilisée pour séparer les PCDD et PCDF ainsi que 12 congénères PCB de type dioxine. La HRMS quant à elle permet de différencier des congénères caractérisés par des degrés de chloration divers, et de distinguer des congénères natifs et des congénères marqués.

Les PCB/PCDD/PCDF étalons marqués au $^{13}\text{C}_{12}$ sont ajoutés à divers stades de la méthode globale (avant échantillonnage, avant extraction et avant mesurage par HRGC/HRMS). Le marquage à l'aide de PCB/PCDD/PCDF marqués au $^{13}\text{C}_{12}$ avant échantillonnage est nécessaire à la détermination du rendement global des congénères de PCB/PCDD/PCDF. Les pertes subies au cours de l'extraction et de la purification sont détectées et compensées en utilisant ces substituts marqués par des isotopes en tant qu'étalons internes d'extraction pour la quantification, conjointement aux étalons de récupération ajoutés juste avant l'analyse par HRGC/HRMS.

5 Appareillage et matériel de laboratoire

5.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et en particulier ce qui suit.

5.1.1 Spectromètre de masse (MS), dont la limite de détection absolue pour l'analyse de l'air est d'au moins 200 fg pour la 2,3,7,8-TCDD, rapport signal/bruit (S/B): 3:1; les instruments récents offrent un rapport $> 50:1$. Un ensemble chromatographe gazeux haute résolution/spectromètre de masse haute résolution avec une résolution supérieure ou égale à 10 000 est nécessaire pour obtenir la sensibilité et la sélectivité adéquates et permettre l'utilisation de tous les étalons marqués au $^{13}\text{C}_{12}$.

5.1.2 Chromatographe en phase gazeuse (GC) couplage direct, injecteurs (sur la colonne ou sans division de débit par exemple), vaporiseur à température programmée (PTV).

5.1.3 Colonnes capillaires en quartz pour GC avec phases de séparation polaires, par exemple mélange 90 % bis-cyanopropyl-10 % cyanopropylphénylpolysiloxane¹⁾.

5.1.4 Seringues d'injection de volumes appropriés.

5.1.5 Extracteur Soxhlet, d'une capacité de 200 ml (43 mm × 123 mm) ou plus grand, selon le besoin, avec un réfrigérant approprié.

5.1.6 Ballons d'ébullition ou de distillation, de capacités 50 ml, 250 ml, 500 ml, ou autres selon les besoins, à fond rond ou en forme de poire.

5.1.7 Refroidisseur de forte puissance.

5.1.8 Évaporateur rotatif et ballons adaptés, avec système de contrôle du vide.

5.1.9 Colonnes chromatographiques: a) 22 mm × 190 mm (diamètre intérieur) avec verre fritté grossier (porosité P 160) ou d'autres dimensions appropriées; b) pipette Pasteur (7 mm × 150 mm) avec bouchon de laine de verre silanisée.

5.1.10 Concentrateur²⁾ avec système d'évaporation sous jet d'azote, commandé par microprocesseur, permettant une évaporation automatisée des échantillons dans des conditions thermiques modérées, par exemple de type Kuderna-Danish.

5.1.11 Flacon à col fileté, transparent, d'une capacité de 1 ml avec micro-insert de 0,25 ml.

5.1.12 Étuve de séchage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1.13 Four, pouvant être maintenu à une température de 300 °C.

5.2 Réactifs analytiques

ISO 16000-14:2009

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009)

[8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abb33809-6747-4268-8943-41d6c0e46592/iso-16000-14-2009)

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue (par exemple qualité chromatographique ou qualité «pesticide») et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.2.1 Toluène, distillé sur verre, de qualité chromatographique ou «pesticide».

5.2.2 *n*-hexane ou ***n*-nonane**, distillé sur verre, de qualité chromatographique ou «pesticide».

5.2.3 Dichlorométhane, distillé sur verre, de qualité chromatographique ou «pesticide».

5.2.4 Acétone, distillé sur verre, de qualité chromatographique ou «pesticide».

5.2.5 Éther diéthylique.

5.2.6 *tert*-butyle méthyle oxyde.

1) Phase de type G8 selon l'USP, par exemple SP-2331, BPX 70 et CP-Sil 84, qui sont des produits identifiés par des appellations commerciales. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 16000 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

2) Barkey Specimen Concentrator, N-evap[®] ou TurboVap[®] sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 16000 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

5.2.7 Oxyde d'aluminium, B Super I³⁾ pour analyse des dioxines.

5.2.8 Sulfate de sodium, anhydre.

5.2.9 Gel de silice, 0,25 mm à 0,74 mm (63 mesh à 200 mesh).

5.2.10 Gel de silice, enrobé de KOH. Mélanger 99 g de solution de KOH (1 mol/l) avec 200 g de gel de silice et homogénéiser dans un évaporateur rotatif (5.1.8), par exemple.

5.2.11 Gel de silice, enrobé de H₂SO₄. Mélanger 393 g d'acide sulfurique concentré avec 500 g de gel de silice et homogénéiser dans un évaporateur rotatif (5.1.8), par exemple.

5.2.12 Gel de silice, enrobé de AgNO₃. Dissoudre 25 g de AgNO₃ dans 67,5 g d'eau dans un bécher en verre de 250 ml. Placer 225 g de gel de silice dans un autre bécher en verre, de 1 000 ml. Verser progressivement la solution de AgNO₃ dans le bécher contenant le gel de silice, tout en agitant le mélange à l'aide d'un agitateur en verre. Placer le mélange dans l'obscurité pendant 30 minutes, puis le transférer dans un cristalliseur et le placer dans un four sous courant d'azote. Augmenter la température du four de 70 °C à 125 °C sur une durée de 5 h, sous courant d'azote. Maintenir ensuite la température à 125 °C pendant 15 h, sous courant d'azote permanent. Conserver tous les adsorbants dans des récipients étanches à l'air.

5.2.13 Étalons marqués au ¹³C₁₂ (étalons de prélèvement), voir Tableaux 1 et 2.

5.2.14 Étalons marqués au ¹³C₁₂ (étalons d'extraction), voir Tableaux 1 et 2.

5.2.15 Étalons marqués au ¹³C₁₂ (étalons de récupération), voir Tableaux 1 et 2.

5.2.16 Étalons de PCB/PCDD/PCDF non marqués, utilisés pour préparer la courbe d'étalonnage; il s'agit des mêmes composés que les étalons marqués au ¹³C₁₂ répertoriés dans les Tableaux 1 et 2.

ATTENTION — L'expédition des étalons de PCDD/PCDF doit se conformer aux réglementations nationales. Ces composés doivent être transportés dans des conteneurs spéciaux disponibles dans le commerce. Il convient de confier leur manipulation uniquement à des opérateurs formés à cet effet.

5.2.17 Solvant de garde, à point d'ébullition élevé ajouté à la solution d'étalon de prélèvement et à l'extrait d'échantillon, *n*-tétradécane, par exemple.

5.2.18 Composé de référence, formant des ions de verrouillage, par exemple perfluorokérosène (PFK).

5.3 Matériel d'échantillonnage

5.3.1 Étalons marqués au ¹³C₁₂. Les masses des étalons de prélèvement marqués au ¹³C₁₂, dans 100 µl de solvant qu'il convient d'ajouter à chaque échantillon à un niveau de concentration d'environ 100 fg de I-TEQ/m³ pour un volume prélevé d'environ 180 m³ sont indiquées dans les Tableaux 1 et 2.

Il convient d'ajouter les étalons d'extraction aux différents supports d'échantillonnage dès la réception des échantillons par le laboratoire. Les congénères marqués au ¹³C₁₂ sont utilisés pour la quantification car leur comportement à la purification est exactement le même que celui des PCB, PCDD et PCDF extraits natifs, en raison de leurs propriétés chimiques et physiques quasiment identiques. Les étalons de récupération (voir Tableaux 1 et 2) servent à déterminer le rendement. Si des masses de PCB, PCDD ou PCDF natifs nettement supérieures sont attendues dans l'échantillon, les masses des étalons à utiliser spécifiées dans les Tableaux 1 et 2 doivent être ajustées en conséquence. L'utilisation et la manipulation des étalons de prélèvement sont spécifiées dans l'ISO 16000-13.

3) Exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 16000 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.