
**Qualité de l'eau — Détermination des
alcanes polychlorés à chaîne courte
(SCCP) dans l'eau — Méthode par
chromatographie gazeuse-spectrométrie
de masse (GC-SM) avec ionisation
chimique négative (ICN)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Water quality — Determination of short-chain polychlorinated alkanes (SCCPs) in water — Method using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and negative-ion chemical ionization (NCI)

[ISO 12010:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc0b851a-91b5-496c-8e3f-239d648cbedb/iso-12010-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc0b851a-91b5-496c-8e3f-239d648cbedb/iso-12010-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 12010:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc0b851a-91b5-496c-8e3f-239d648cbddb/iso-12010-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Interférences	2
5 Réactifs et étalons	3
6 Appareillage	6
7 Échantillonnage et prétraitement des échantillons	7
8 Mode opératoire	8
8.1 Extraction par la méthode d'extraction liquide-liquide	8
8.2 Extraction des échantillons contenant une quantité plus élevée de matières en suspension	8
8.3 Purification de l'extrait	8
8.4 Mesurage et intégration du chromatogramme	9
8.5 Étalonnage	10
9 Expression des résultats	12
10 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Solutions supplémentaires pour les vérifications de contrôle qualité	14
Annexe B (informative) Principe de l'étalonnage de la somme des SCCP par régression linéaire multiple	15
Annexe C (informative) Conditions CG-SM typiques	20
Annexe D (informative) Chromatogrammes typiques obtenus avec les solutions étalons à 1 µg/ml	23
Annexe E (informative) Représentation de la qualité de l'ajustement	24
Annexe F (informative) Exemple de taux de récupération avec les solutions de contrôle qualité	25
Annexe G (informative) Chromatogramme d'un échantillon réel d'eau ayant une concentration de somme des SCCP de 2,59 µg/l	26
Annexe H (informative) Données de fidélité	28
Bibliographie	29

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 12010 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 12010:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc0b851a-91b5-496c-8e3f-239d648cbddb/iso-12010-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc0b851a-91b5-496c-8e3f-239d648cbddb/iso-12010-2012>

Introduction

Il convient que l'utilisateur ait à l'esprit que des problèmes particuliers sont susceptibles de nécessiter la spécification de conditions secondaires supplémentaires.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12010:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc0b851a-91b5-496c-8e3f-239d648cbadb/iso-12010-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc0b851a-91b5-496c-8e3f-239d648cbadb/iso-12010-2012>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12010:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc0b851a-91b5-496c-8e3f-239d648cbadb/iso-12010-2012>

Qualité de l'eau — Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte (SCCP) dans l'eau — Méthode par chromatographie gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) avec ionisation chimique négative (ICN)

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 un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination quantitative de la somme des *n*-alcanes polychlorés à chaîne courte également connus sous le nom de paraffines polychlorées à chaîne courte (SCCP), ayant une chaîne carbonée comprise entre *n*-C₁₀ et *n*-C₁₃ inclus, dans des mélanges dont la fraction massique («teneur») de chlore varie de 49 % à 67 %, contenant environ 6 300 des environ 8 000 congénères.

Cette méthode est applicable à la détermination de la somme des SCCP dans les eaux de surface, les eaux souterraines, l'eau potable et les eaux usées non filtrées, par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM) en mode d'ionisation négative par capture d'électrons (CG-INCE-SM).

La méthode peut être appliquée à des échantillons dont la teneur est comprise entre 0,1 µg/l et 10 µg/l. Selon la matrice de l'échantillon d'eau usée, la plus petite concentration détectable est estimée >0,1 µg/l.

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 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: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

ISO/TS 13530, *Qualité de l'eau — Lignes directrices pour le contrôle de qualité analytique pour l'analyse chimique et physicochimique de l'eau*

3 Principe

Détermination de la somme des SCCP ayant une chaîne carbonée comprise entre *n*-C₁₀ et *n*-C₁₃ inclus, dans des mélanges techniques et environnementaux reconstitués dont la fraction massique («teneur») de chlore varie entre 49 % et 67 % (soit environ 3 atomes à 10 atomes de chlore par molécule) et demeure indépendante du mode de répartition du nombre d'atomes de carbone des congénères. Il n'est pas nécessaire de chercher à connaître la teneur en chlore.

Les SCCP dans les échantillons d'eau brute sont dopés avec un étalon interne et extraits par extraction liquide-liquide avec un solvant organique. L'étape d'enrichissement de l'échantillon est suivie d'une étape de purification destinée à éliminer les substances interférentes. La chromatographie en phase gazeuse (CG) est effectuée sur une colonne capillaire courte, sur une plage étroite de temps de rétention. La détection des fragments correspondant aux masses sélectionnées est réalisée par spectrométrie de masse (SM) en mode suivi d'ions sélectionnés, fonctionnant en mode d'ionisation négative par capture électronique (INCE). Les fragments des masses sélectionnées dépendent spécifiquement de la variété de mélanges techniques ainsi que de leur teneur en chlore et des modes de répartition du nombre d'atome de carbone. La présente Norme internationale indique d'autres combinaisons de masses de fragment pouvant être utilisées à des fins de qualification.

Le chromatogramme des ions sélectionnés est intégré sur la totalité de la plage de temps de rétention des SCCP. La détermination quantitative de la somme des SCCP est effectuée après réalisation d'un étalonnage par régression linéaire multiple, obtenu en mesurant des solutions de différents mélanges techniques dopés par ajout d'un étalon interne.

La réalisation de l'étalonnage nécessite au moins trois mélanges étalons de compositions différentes, représentant chacun la répartition des chaînes carbonées et la teneur en chlore des différents mélanges techniques. Il s'agit ainsi de refléter la diversité des teneurs en chlore et les profils de répartition des chaînes carbonées rencontrée dans les mélanges techniques de SCCP ainsi que les taux de SCCP rencontrés dans les échantillons environnementaux, qui ne peut être décrite par une unique substance étalon.

La méthode permet de quantifier la somme des SCCP, potentiellement avec une incertitude de mesure étendue inférieure à 50 %.

4 Interférences

iTeh STANDARD PREVIEW

Les interférences non spécifiques à la matrice ou provenant d'autres sources environnementales sont prises en compte par une étape de purification. Suite à l'application de cette étape dans son intégralité, y compris la concentration d'un facteur environ 5 000, les polluants suivants ont été soumis à essai et aucun ne s'est avéré provoquer des interférences en-deçà des concentrations indiquées ci-après.

Composés susceptibles de provoquer des interférences **Concentration maximale à laquelle aucune interférence supérieure à la limite de détection n'est observée**

Aroclor 1262 ^a	0,5 µg/l
Aroclor 1242 ^a	0,5 µg/l
Aroclor 1221 ^a	1 µg/l
Campheclor	0,2 µg/l
Halowax 1014 ^a	1 µg/l
Halowax 1051 ^a	1 µg/l
Chlordane technique	0,5 µg/l
MCCP (<i>n</i> -alcanes chlorés à chaîne moyenne) 42 %	0,2 µg/l
MCCP (<i>n</i> -alcanes chlorés à chaîne moyenne) 52 %	0,2 µg/l
MCCP (<i>n</i> -alcanes chlorés à chaîne moyenne) 57 %	0,2 µg/l

^a Produit disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

Les interférences peuvent être encore réduites en répétant plusieurs fois le mode opératoire de purification.

5 Réactifs et étalons

Utiliser des solvants et des réactifs de pureté suffisante, c'est-à-dire renfermant des concentrations de SCCP suffisamment faibles pour être négligées (par exemple inférieures à la limite de détection de la méthode).

NOTE Soumettre régulièrement des blancs à l'intégralité du mode opératoire pour vérifier qu'ils sont satisfaisants et assurer ainsi un contrôle analytique correct.

5.1 Solvants d'extraction et pour la préparation des solutions mères. Le solvant d'extraction est le *n*-heptane. D'autres solvants non-polaires, tels que le *n*-hexane (C₆H₁₄) ou le cyclohexane (C₆H₁₂) peuvent être employés, à condition d'obtenir des rendements d'extraction comparables à ceux du *n*-heptane.

Utiliser du triméthyl-2,2,4 pentane (C₈H₁₈, isooctane) pour le conditionnement des flacons en verre (6.1).

Pour la préparation des solutions mères, effectuer les dilutions dans la propanone (acétone), C₃H₆O.

Pour le conditionnement des colonnes de purification, utiliser des mélanges de *n*-heptane et de propanone (acétone).

Pour la première étape d'éluion des matières en suspension filtrées, utiliser le méthanol (CH₃OH).

5.2 Solutions mères de SCCP de référence. Utiliser des solutions du commerce, par exemple dans le cyclohexane ou le *n*-hexane, de mélanges simples de congénères SCCP de longueur de chaîne carbonée définie, et de différentes teneurs en chlore connues (voir les deux premières colonnes du Tableau 1). Sinon, employer des solutions prêtes à l'emploi disponibles dans le commerce, comme indiqué dans le Tableau 1.

Préparer les solutions Hordalub 17¹⁾-s1, SCCP 51,5 % -s1, Hordalub 80¹⁾-s1, Cereclor 60¹⁾-s1, Hordalub 500¹⁾-s1 et Cereclor 70¹⁾-s1 conformément au Tableau 1. Le suffixe «-s1» montre qu'il s'agit de solutions étalons mélangées synthétiques, proches des mélanges techniques.

La teneur en chlore des mélanges, indiquée à la troisième ligne, correspond à la moyenne pondérée.

Stocker les solutions préparées au réfrigérateur, à une température comprise entre 2 °C et 6 °C.

5.3 Solutions mères d'étalon interne préparées à partir de congénères individuels. Préparer, à partir de solutions étalons de congénères individuels proposées dans le commerce, une solution mère dans la propanone (acétone) (5.1), à une concentration de, par exemple, 1 µg/ml.

Par exemple, des congénères individuels de SCCP de teneur en chlore entre 49 % et 67 % conviennent comme étalons internes:

- hexachloro-1,1,1,3,10,11 undécane, par exemple à 0,1 µg/ml;
- octachloro-1,1,1,3,11,13,13,13 tridécane, par exemple à 0,1 µg/ml;
- heptachloro-1,2,5,5,6,9,10 décane, par exemple à 0,01 µg/ml.

NOTE 1 Les différents congénères de SCCP individuels utilisés comme étalons internes contribuent probablement à la quantité totale de SCCP dans les échantillons environnementaux. Cette contribution est cependant <1 % environ, ce qui signifie que l'augmentation de l'incertitude de mesure est négligeable.

NOTE 2 Des congénères de SCCP individuels différents peuvent générer des facteurs de réponse différents; il peut par conséquent s'avérer nécessaire d'utiliser des concentrations différentes.

Sous réserve de validation, d'autres congénères SCCP individuels peuvent être utilisés comme étalon interne s'ils présentent les mêmes propriétés que les SCCP à doser sur la totalité du processus analytique.

Les solutions peuvent être conservées au réfrigérateur, entre 2 °C et 6 °C.

1) Produit disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

5.4 Poudre de cuivre, granulométrie <63 µm. La poudre de cuivre est utilisée pendant l'étape de purification, pour éliminer le soufre et les composants soufrés de la matrice.

5.5 Acide chlorhydrique, 2 mol/l. Utilisé pour activer le cuivre dans la colonne de purification.

Tableau 1 — Solutions mères de substances de référence

Solutions étalons			Solutions étalons mélangées synthétiques, proches des mélanges techniques					
Longueur de la chaîne <i>n</i> -alcane	Teneur en chlore des mélanges des chaînes carbonées individuelles %	Nombre moyen d'atomes de chlore dans les molécules (calculé)	Hordalub 17 -s1	SCCP 51,5 % -s1	Hordalub 80 -s1	Cereclor 60 -s1	Hordalub 500 -s1	Cereclor 70 -s1
			Teneur en chlore calculée, %					
			Composition, ng/ml					
C ₁₀	44,82	3,22	500					
C ₁₀	50,18	3,97	500	500	500			
C ₁₀	55,00	4,79		500	500			
C ₁₀	60,09	5,86				1 000	900	
C ₁₀	65,02	7,16				500	300	2 000
C ₁₁	45,50	3,63	1 200					
C ₁₁	50,21	4,37	2 600	2 500	500	700		
C ₁₁	55,20	5,31		1 000	2 000	1 300	400	
C ₁₁	60,53	6,55			1 900	1 200	2 500	
C ₁₁	65,25	7,94					2 500	3 200
C ₁₂	45,32	3,93	1 000					
C ₁₂	50,18	4,76	2 400	2 500	500			
C ₁₂	55,00	5,74		1 500	2 500	2 000	1 000	
C ₁₂	65,08	8,59			200	1 500	1 700	
C ₁₂	69,98	10,62						3 100
C ₁₃	44,90	4,19		500				
C ₁₃	50,23	5,16	1 800	1 000				
C ₁₃	55,03	6,22			1 000	400		
C ₁₃	59,98	7,56			400	1 300	700	
C ₁₃	65,18	9,34				100		1 700
Somme des SCCP, ng/ml			10 000	10 000	10 000	10 000	10 000	10 000

5.6 Silicate de magnésium activé²⁾, MgO/3,75 SiO₂/(x) H₂O, pour la chromatographie sur colonne.

Le silicate de magnésium activé est employé à l'étape de purification pour séparer les composés organohalogénés tels que les polychlorobiphényles et les naphthalènes.

Utiliser du silicate de magnésium présentant les caractéristiques suivantes: taille de particule de 0,15 mm à 0,25 mm (dont 80 % > 0,15 mm), surface active de 170 m²/g à 300 m²/g, telle que déterminée par la méthode BET, et pH compris entre 9 et 10.

2) Florisil est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

Activer le silicate de magnésium en chauffant par exemple une quantité de 200 g dans un récipient peu profond à 140 °C pendant au moins 4 h. Placer le silicate de magnésium dans un dessiccateur et le laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Le silicate de magnésium activé peut être conservé pendant 1 mois maximum dans un flacon bouché stocké à température ambiante.

5.7 Sulfate de sodium, Na₂SO₄, anhydre, granulaire.

5.8 Gaz vecteurs, pour CG-SM, de grande pureté et conformes aux spécifications du fabricant.

5.9 Azote, N₂, pureté ≥99,996 % en fraction volumique, pour sécher le sorbant de remplissage et concentrer les solutions.

5.10 Solutions d'étalonnage de travail. Utiliser au moins trois mélanges étalons de composition différente conformément au Tableau 1, Hordalub 17 -s1, Hordalub 80 -s1 et Cereclor 70 -s1. Préparer neuf solutions d'étalonnage au minimum (en gras dans le Tableau 2), à des concentrations appropriées à la capacité de détection du spectromètre de masse. Combiner et diluer les solutions (5.2) et la solution d'étalon interne (5.3) avec du *n*-heptane, de manière à préparer des solutions correspondant à la plage d'étalonnage, comme indiqué par exemple dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage de travail

Mélange	Hordalub 17 -s1	SCCP 51,5 -s1	Hordalub 80 -s1	Cereclor 60 -s1	Hordalub 500 -s1	Cereclor 70 -s1	Étalon interne: par ex. hexachloro- 1,1,1,10,11,13 undécane
	µg/ml	µg/ml	µg/ml	µg/ml	µg/ml	µg/ml	
Somme des SCCP, µg/ml	https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc0b851a-91b5-496c-8e3f-239d648cbedb/iso-12010-2012						
0,15	0,15						0,1
0,15		0,15					0,1
0,15			0,15				0,1
0,15				0,15			0,1
0,15					0,15		0,1
0,15						0,15	0,1
0,6	0,6						0,1
0,6		0,6					0,1
0,6			0,6				0,1
0,6				0,6			0,1
0,6					0,6		0,1
0,6						0,6	0,1
1,0	1,0						0,1
1,0		1,0					0,1
1,0			1,0				0,1
1,0				1,0			0,1
1,0					1,0		0,1
1,0						1,0	0,1

Les solutions peuvent être stockées au réfrigérateur pendant 4 semaines maximum. Vérifier avant utilisation la concentration des solutions d'étalonnage par rapport à un étalon préparé de manière indépendante.

5.11 Solution mère multicomposants de contrôle qualité à base de SCCP pour la vérification du mode opératoire d'étalonnage. Il convient de préparer des solutions de contrôle qualité pour vérifier l'étalonnage de façon indépendante. Préparer au minimum 3 solutions différentes; voir le Tableau 3 ou l'Annexe A. De tels mélanges sont également disponibles dans le commerce, dans le cyclohexane ou le *n*-hexane par exemple.

Ces solutions peuvent être stockées au réfrigérateur pendant 4 semaines maximum.

Tableau 3 — Solutions de contrôle de l'étalonnage

Longueur de la chaîne <i>n</i> -alcane	Teneur en chlore des mélanges des chaînes carbonées individuelles, indiquée par le fabricant, %	SCCP 51,5 -s2	SCCP 55,5 -s2	SCCP 63 -s2	Hordalub 17 -s2	Hordalub 80 -s2	Hordalub 500 -s2	Cereclor 60 -s2
		Teneur moyenne en chlore calculée, %						
		51,45	55,77	63,22	49,07	55,91	61,87	59,07
Composition, ng/ml								
C ₁₀	44,82				50			
C ₁₀	50,18	50			50			
C ₁₀	55	50	100			100		
C ₁₀	60,09			50			90	150
C ₁₀	65,02			50			20	
C ₁₁	45,5	200	200		100			
C ₁₁	50,21				280	50		
C ₁₁	55,2	150				250		200
C ₁₁	60,53		150	200		140	350	120
C ₁₁	65,25						200	
C ₁₂	45,32	150	100		100			
C ₁₂	50,18	150	50	50	240	50		
C ₁₂	55					250	100	200
C ₁₂	65,08	100	200	100		20	170	150
C ₁₂	69,98			50				
C ₁₃	44,9	50						
C ₁₃	50,23	100	50		180			
C ₁₃	55,03		100			100		
C ₁₃	59,98		50	100		40	70	170
C ₁₃	65,18			100				
Somme des SCCP, ng/ml		1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	990

5.12 Solution de travail pour la vérification de la linéarité des étalons internes. Préparer des solutions contenant l'étalon interne utilisé, aux concentrations de 0,1 µg/ml, 0,5 µg/ml et 1 µg/ml.

6 Appareillage

Il convient que la verrerie et le matériel susceptibles d'entrer en contact avec les échantillons d'eau ou les extraits soient exempts de substances interférentes.

Nettoyer toute la verrerie de laboratoire en la rinçant à la propanone (acétone) (5.1).