
**Qualité du sol — Détermination des
nonyphénols (NP) et des nonylphénols
monoéthoxylés et diéthoxylés —
Méthode par chromatographie en
phase gazeuse avec détection sélective
de masse (CG-SM)**

*Soil quality — Determination of nonylphenols (NP) and nonylphenol-
mono- and diethoxylates — Method by gas chromatography with
mass selective detection (GC-MS)*

Document Preview

[ISO/TS 13907:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f5a51963-b37a-4178-af08-9d91bfb03e37/iso-ts-13907-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f5a51963-b37a-4178-af08-9d91bfb03e37/iso-ts-13907-2012>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO/TS 13907:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f5a51963-b37a-4178-af08-9d91bfb03e37/iso-ts-13907-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f5a51963-b37a-4178-af08-9d91bfb03e37/iso-ts-13907-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
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	2
4 Interférences	2
4.1 Interférences liées à l'échantillonnage	2
4.2 Interférences liées à la CG-SM	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	4
7 Stockage et prétraitement des échantillons	5
7.1 Stockage des échantillons	5
7.2 Prétraitement des échantillons	5
8 Mode opératoire	6
8.1 Extraction	6
8.1.1 Généralités	6
8.1.2 Extraction d'échantillons de boues humides	6
8.1.3 Extraction d'échantillons de boues lyophilisées	7
8.1.4 Extraction d'échantillons de sols et de biodéchets traités	7
8.1.5 Extraction d'échantillons lyophilisés de sols et de biodéchets traités	8
8.2 Concentration (étape facultative)	8
8.3 Purification (étape facultative)	8
8.4 Dérivation	9
8.5 Essai à blanc	9
8.6 Analyse par CG-SM	9
8.7 Étalonnage	10
8.7.1 Généralités	10
8.7.2 Étalonnage initial	10
8.7.3 Vérification de l'étalonnage	10
8.8 Analyse des échantillons et identification	11
9 Calcul et expression des résultats	11
9.1 Généralités	11
9.2 Étalonnage	12
9.3 Calcul	12
10 Fidélité	13
11 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Données de répétabilité et de reproductibilité	14
Annexe B (informative) Exemple de conditions chromatographiques et de chromatogramme	16
Bibliographie	18

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/IEC, 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 organismes membres votants.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents:

- une Spécification accessible au public ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts techniques dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

L'attention est attirée 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 brevet.

L'ISO/TS 13907 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques physiques*.

Introduction

Les nonylphénols (NP) sont essentiellement présents dans l'environnement en tant que produits de dégradation des nonylphénol éthoxylés (NPEO). Les NPEO sont utilisés dans de nombreuses applications comme détergents non ioniques dans les agents de lavage et de nettoyage.

Après utilisation, les NPEO sont dégradés par dé-éthoxylation, produisant des polyéthoxylates avec un nombre réduit de groupes éthoxy. Les nonylphénols diéthoxylés (NP2EO), les nonylphénols monoéthoxylés (NP1EO) et les nonylphénols (NP) sont les trois derniers produits de la chaîne de dégradation. En raison de leur présence non négligeable dans les boues d'épuration, ces trois composants sont inclus dans la présente Spécification technique.

La présente Spécification technique est applicable à plusieurs types de matrices et a été validée pour les boues d'épuration municipales (voir également l'[Annexe A](#) pour les résultats de la validation).

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO/TS 13907:2012](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f5a51963-b37a-4178-af08-9d91bfb03e37/iso-ts-13907-2012>

Qualité du sol — Détermination des nonylphénols (NP) et des nonylphénols monoéthoxylés et diéthoxylés — Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection sélective de masse (CG-SM)

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente Spécification technique connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Spécification technique 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 Spécification technique soient effectués par du personnel ayant suivi une formation appropriée.

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique spécifie une méthode de détermination par CG-SM des nonylphénols (NP), des nonylphénols monoéthoxylés (NP1EO) et des nonylphénols diéthoxylés (NP2EO) dans les boues, les biodéchets traités et les sols.

Une limite de détection de 0,1 mg/kg pour les boues et de 0,02 mg/kg pour les sols et les biodéchets traités (exprimée en mg/kg de matière sèche) peut être atteinte.

Des limites de détection plus basses peuvent être obtenues en concentrant l'extrait par évaporation du solvant.

NOTE Il est également possible d'analyser le 4-tert-octylphénol avec cette méthode.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du 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 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse — Partie 1: Fonction linéaire d'étalonnage*

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

ISO 14507, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques*

ISO 16720, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons par lyophilisation pour analyse subséquente*

ISO 22892, *Qualité du sol — Lignes directrices pour l'identification de composés cibles par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse*

3 Principe

Après prétraitement, l'échantillon pour essai est extrait par agitation avec un mélange d'acétone et d'éther de pétrole (1:1). Si nécessaire, les composés interférents sont éliminés de l'extrait par purification sur une colonne appropriée.

L'extrait est traité avec le réactif *N*-méthyl-*N*-(triméthylsilyl)trifluoracétamide (MSTFA) pour la dérivation (silylation) des analytes, puis analysé par chromatographie en phase gazeuse avec détection sélective de masse (CG-SM).

Les nonylphénols et les nonylphénols monoéthoxylés et diéthoxylés sont identifiés à partir de l'empreinte obtenue par CG, des temps de rétention relatifs et des abondances relatives de deux ions de diagnostic. La quantification est basée sur un mode opératoire utilisant des étalons internes. Les étalons internes (4-*n*-NP marqué au ¹³C et 4-*n*-NP2EO marqué au ¹³C) sont utilisés tout au long de la méthode d'analyse.

4 Interférences

4.1 Interférences liées à l'échantillonnage

Utiliser des récipients d'échantillonnage fabriqués dans des matériaux (de préférence en verre ou en acier) au contact desquels l'échantillon ne risque pas d'être détérioré de manière significative au cours de l'échantillonnage et du stockage. Des récipients en plastique peuvent être utilisés dans la mesure où il a été démontré qu'ils ne détériorent pas l'échantillon de manière significative.

4.2 Interférences liées à la CG-SM

Les substances qui co-éluent avec les NP, NP1EO ou NP2EO et qui produisent le ou les mêmes ions peuvent causer des interférences dans la détermination. Ces interférences peuvent fortement influencer le résultat, car les trois analytes sont déterminés à partir de la somme d'un groupe de cinq à neuf pics chromatographiques. Il est primordial de ne pas inclure les pics interférents dans les calculs. Un pic est exclu si son temps de rétention n'est pas le même que celui prévu pour la solution d'étalonnage et si les aires relatives des pics des deux ions de diagnostic diffèrent de plus de 30 % du même pic correspondant à la solution d'étalonnage. Les pics interférents peuvent généralement être identifiés en comparant les empreintes de l'échantillon à celles de la solution d'étalonnage, bien que la distribution des isomères dans les échantillons environnementaux puisse différer de celle observée dans la solution d'étalonnage.

5 Réactifs

5.1 Généralités

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

La pureté des réactifs utilisés doit être vérifiée en procédant à une détermination à blanc telle que décrite en [8.5](#).

5.2 Acétone, C₃H₆O.

5.3 Solvant de type hexane

Tout solvant hydrocarboné aliphatique dont le point d'ébullition ou l'intervalle de distillation se situe entre 34 °C et 100 °C peut être utilisé.

5.4 Sulfate de sodium anhydre, Na₂SO₄, en poudre.

Chauffé pendant au moins 6 h à (550 ± 20) °C, refroidi à environ 200 °C dans le four, puis à température ambiante dans un dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium ou tout autre produit adapté. Le sulfate de sodium anhydre doit être conservé dans un récipient hermétiquement fermé.

5.5 N-méthyl-N-(triméthylsilyl)trifluoracétamide, C₆H₁₂F₃NOSi (MSTFA), n° CAS-RN¹⁾ 24589-78-4, pour la dérivation.**5.6 Isooctane**, C₈H₁₇, point d'ébullition à 99 °C.**5.7 Solution de dérivation**, MSTFA à 5 % (5.5) dans de l'isooctane (fraction volumique).

Dissoudre, par exemple, 1 ml de MSTFA (5.5) dans de l'isooctane (5.6) dans une fiole jaugée de 20 ml et compléter au volume avec de l'isooctane (5.6).

Conserver la solution de dérivation à l'abri de la lumière et à une température de (4 ± 3) °C. La solution reste stable pendant au moins deux mois.

5.8 Gaz de travail pour la chromatographie en phase gazeuse avec détection sélective de masse

Hélium d'une pureté appropriée et conforme aux spécifications du fabricant

5.9 Azote, N₂, pour l'évaporation du solvant.

Azote d'une pureté appropriée.

5.10 Étalons pour l'étalonnage

Les substances étalons suivantes doivent être utilisées:

- 4-nonylphénol (NP), mélange d'isomères, n° CAS 84852-15-3;
- 4-nonylphénol monoéthoxylé (NP1EO), mélange d'isomères, n° CAS 26027-38-3;
- 4-nonylphénol diéthoxylé (NP2EO), mélange d'isomères, n° CAS 20427-84-3.

Les deux nonylphénols éthoxylés peuvent contenir de petites quantités d'autres éthoxylates. Il est important de vérifier la pureté de tous les étalons utilisés pour l'étalonnage.

Les étalons peuvent provenir de composés purs ou de solutions dont la concentration est garantie.

Les étalons doivent être conservés dans un congélateur à une température de (-18 ± 3) °C.

NOTE 1 Si du 4-tert-octylphénol est utilisé: 4-(1,1,3,3-tétraméthylbutyl)phénol, n° CAS 140-66-9.

NOTE 2 Pour les NP, NP1EO et NP2EO, des informations contradictoires sur le numéro CAS peuvent être trouvées.

5.11 Étalons internes

Les substances étalons internes suivantes peuvent être utilisées:

- 4-n-nonylphénol (4-n-NP) marqué au ¹³C, C₉H₁₉-[¹³C₆]H₄-OH;
- 4-n-nonylphénol diéthoxylé (4-n-NP2EO) marqué au ¹³C.

Les étalons internes doivent être conservés dans un congélateur à une température de (-18 ± 3) °C.

1) Numéro CAS Numéro de registre du Chemical Abstract Service (CAS).

Le 4-*n*-nonylphénol marqué au D₄ ou le 4-*n*-nonylphénol (non marqué) peuvent être utilisés comme étalon interne alternatif au 4-*n*-nonylphénol marqué au ¹³C. Le 4-*n*-nonylphénol diéthoxylé (non marqué) peut être utilisé comme étalon interne alternatif au 4-*n*-nonylphénol diéthoxylé marqué au ¹³C. Les composés non marqués ne peuvent être utilisés que si leur absence dans l'échantillon est démontrée.

Pour la spectrométrie de masse à piégeage d'ions, les étalons internes deutérés ne doivent pas être utilisés.

5.12 Solution d'étalons internes

Préparer une solution d'étalons internes avec les deux étalons internes dans l'isooctane (5.6). Les concentrations sont de 20 mg/l pour le 4-*n*-NP et de 100 mg/l pour le 4-*n*-NP2EO.

Il est essentiel que la même solution d'étalons internes soit utilisée pour les solutions d'étalonnage, les échantillons, les blancs et les échantillons de contrôle qualité interne.

Conserver la solution d'étalons internes à l'abri de la lumière et à une température de (4 ± 3) °C. La solution reste stable pendant au moins deux ans, à condition que l'évaporation du solvant soit négligeable.

5.13 Solutions mères

Préparer des solutions mères individuelles d'environ 100 mg/l dans de l'isooctane (5.6), soit à partir de substances étalons solides, soit à partir de solutions dont la concentration est certifiée.

Conserver les solutions mères à l'abri de la lumière et à une température de (4 ± 3) °C. Les solutions restent stables pendant au moins 2 ans, à condition que l'évaporation du solvant soit négligeable.

5.14 Solutions d'étalonnage

Préparer une solution d'étalonnage mixte à partir des solutions mères (5.13) en diluant ces dernières avec de l'isooctane (5.6). Ajouter la solution d'étalons internes (5.12) afin d'obtenir une concentration de 0,2 mg/l pour le 4-*n*-NP et de 1,0 mg/l pour le 4-*n*-NP2EO. Préparer les solutions d'étalonnage à des concentrations comprises entre 0,01 mg/l et 5 mg/l.

Conserver les solutions d'étalonnage à l'abri de la lumière et à une température de (4 ± 3) °C. Les solutions restent stables pendant au moins deux semaines, à condition que l'évaporation du solvant soit négligeable.

6 Appareillage

6.1 Généralités

Tout le matériel entrant en contact avec l'échantillon ou l'extrait doit être exempt de nonylphénols et de nonylphénols éthoxylés. La verrerie peut être nettoyée en la chauffant pendant au moins 2 h à 450 °C.

6.2 Verrerie courante de laboratoire

6.2.1 Fiole en verre à bouchon à vis avec joint en polytétrafluoroéthylène (PTFE); d'un volume de 100 ml et 250 ml.

6.2.2 Fioles à fond rond, d'un volume de 100 ml et 250 ml.

6.2.3 Tubes à essai et flacons