

---

---

**Qualité du sol — Dosage de  
quelques phénols et chlorophénols  
sélectionnés — Méthode par  
chromatographie en phase gazeuse  
avec détection par spectrométrie de  
masse**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)  
*Soil quality — Determination of some selected phenols and  
chlorophenols — Gas chromatographic method with mass  
spectrometric detection*

ISO/TS 17182:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c51472-ab87-4b09-83b5-f0d0976a9c2e/iso-ts-17182-2014>



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

ISO/TS 17182:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c51472-ab87-4b09-83b5-f0d0976a9c2e/iso-ts-17182-2014>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2014

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

	Page
Avant-propos .....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>5</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>7</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>8</b>
<b>4</b> <b>Interférences</b> .....	<b>8</b>
<b>4.1</b> <b>Interférences avec l'échantillonnage et l'extraction</b> .....	<b>8</b>
<b>4.2</b> <b>Interférences avec le dosage CPG/SM</b> .....	<b>8</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>8</b>
<b>5.1</b> <b>Produits utilisés sous leur forme commerciale</b> .....	<b>8</b>
<b>5.2</b> <b>Solutions aqueuses</b> .....	<b>9</b>
<b>5.3</b> <b>Solutions étalons de phénols</b> .....	<b>9</b>
<b>5.3.1</b> <b>Solution d'étalon interne</b> .....	<b>9</b>
<b>5.3.2</b> <b>Solutions d'étalons individuels de phénols</b> .....	<b>9</b>
<b>6</b> <b>Appareillage et équipement</b> .....	<b>10</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>10</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>11</b>
<b>8.1</b> <b>Prise d'essai</b> .....	<b>11</b>
<b>8.2</b> <b>Teneur en matière sèche</b> .....	<b>11</b>
<b>8.3</b> <b>Blancs</b> .....	<b>11</b>
<b>8.4</b> <b>Étalons</b> .....	<b>11</b>
<b>8.5</b> <b>Extraction</b> .....	<b>11</b>
<b>8.6</b> <b>Acétylation</b> .....	<b>11</b>
<b>8.6.1</b> <b>Acétylation de l'extrait</b> .....	<b>11</b>
<b>8.6.2</b> <b>Acétylation des échantillons de contrôle</b> .....	<b>12</b>
<b>8.7</b> <b>Analyse par chromatographie en phase gazeuse</b> .....	<b>12</b>
<b>8.8</b> <b>Étalonnage</b> .....	<b>12</b>
<b>9</b> <b>Calcul</b> .....	<b>13</b>
<b>9.1</b> <b>Calcul de la teneur en substance i dans l'extrait</b> .....	<b>13</b>
<b>9.2</b> <b>Calcul de la teneur du phénol sélectionné dans l'échantillon de sol par kilogramme de matière sèche (mg/kg de matière sèche)</b> .....	<b>13</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>14</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Concentrations types des solutions étalons</b> .....	<b>15</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Exemple de conditions de chromatographie en phase gazeuse</b> .....	<b>16</b>
<b>B.1</b> <b>Phénols</b> .....	<b>16</b>
<b>B.1.1</b> <b>Conditions GPG/SM pour les phénols acétylés, chromatogramme B.1</b> .....	<b>16</b>
<b>B.2</b> <b>Chlorophénols</b> .....	<b>18</b>
<b>B.2.1</b> <b>Conditions de CPG/SM de chlorophénols acétylés, chromatogramme B.2</b> .....	<b>18</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>20</b>

## 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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

# Qualité du sol — Dosage de quelques phénols et chlorophénols sélectionnés — Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse

**AVERTISSEMENT** — Les phénols et chlorophénols sont toxiques et corrosifs et il convient de les manipuler avec précaution. Le méthanol et l'acétonitrile sont toxiques et l'acide acétique est corrosif. Il convient de porter systématiquement des gants en latex ou en nitrile et une protection oculaire. Il convient d'essuyer immédiatement tout liquide avec un papier absorbant et de le placer dans des récipients hermétiques utilisés pour la mise au rebut des substances chimiques toxiques. Il convient de traiter les échantillons comme des substances toxiques et dangereuses.

Effectuer toutes les étapes du mode opératoire d'extraction avec le plus grand soin et sous une hotte aspirante. Tous les résidus de solvants doivent être collectés et traités comme des déchets dangereux. Il existe donc un risque de contamination en laboratoire.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit le dosage par chromatographie en phase gazeuse de phénols, méthylphénols, diméthylphénols et triméthylphénols (voir le Tableau 1) et chlorophénols sélectionnés (voir le Tableau 2) en utilisant la détection par spectrométrie de masse dans des échantillons de sol. Cette méthode peut également être utilisée pour d'autres échantillons solides, tels que les sédiments et les déchets solides. La présente Norme internationale décrit une extraction du sol avec un liquide acide, suivie d'une acétylation puis d'une extraction liquide/liquide. Le dosage est effectué par chromatographie en phase gazeuse et par détection en spectrométrie de masse.

Avec cette méthode, les phénols et chlorophénols peuvent être dosés pour les plus faibles concentrations massiques comprises entre 0,01 mg/kg et 0,1 mg/kg environ, selon la sensibilité des composants et la quantité d'échantillon utilisée. Dans certains cas, il est impossible de séparer complètement les isomères. La somme est alors rapportée.

**NOTE** Avec cette méthode, d'autres phénols plus méthylés peuvent être également analysés à condition de démontrer l'adéquation et la validité de la méthode.

Tableau 1 — Composés phénoliques cibles et fractions massiques correspondantes des composés acétylés respectifs pour la détection SM

Composé	CAS-RN <sup>a</sup>	Formule chimique	Composés acétylés Fragmentation <sup>b</sup>			
			1 <sup>ère</sup> masse	Intensité relative %	2 <sup>ème</sup> masse	Intensité relative %
phénol	108-95-2	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O	94	100	66	26
2-méthylphénol (o-crésol)	95-48-7	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O	108	100	107	68
3-méthylphénol (m-crésol)	108-39-4	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O	108	100	107	85
4-méthylphénol (p-crésol)	106-44-5	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O	108	100	107	92
2,3-diméthylphénol	596-75-0	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	122	90	107	100
2,4-diméthylphénol	105-67-9	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	122	100	107	85
2,5-diméthylphénol	95-87-4	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	122	100	107	90
2,6-diméthylphénol	576-261-1	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	122	100	107	92
3,4-diméthylphénol	95-65-8	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	122	99	107	100
3,5-diméthylphénol	108-68-9	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	122	100	107	68
2,3,5-triméthylphénol	697-82-5	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> O	136	87	121	100
2,3,6-triméthylphénol	2416-94-6	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> O	136	90	121	100
2,4,6-triméthylphénol	527-60-6	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> O	136	10	121	85
3,4,5-triméthylphénol	527-54-8	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> O	136	70	121	100
2-éthylphénol	90-00-6	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	107	100	122	48
3-éthylphénol	620-17-7	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	122	48	107	100
4-éthylphénol	123-07-9	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O	107	100	122	35
4-propylphénol	645-56-7	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> O	107	100	136	25
4-isopropylphénol	99-89-8	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> O	121	100	136	28
2-hydroxybiphényle	90-43-7	C <sub>12</sub> H <sub>10</sub> O	170	100	141	23
Étalons internes						
2-fluorophénol	367-12-4	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> FO	112	100	64	58
4-fluorophénol	371-41-5	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> FO	112	100	64	18
3-fluoro-2-méthylphénol	452-72-2	C <sub>7</sub> H <sub>7</sub> FO	126	100	97	29
4-fluorocatéchol	0363-52-	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> FO <sub>2</sub>	128	100	75	28

<sup>a</sup> Chemical abstract service registry number (Numéro de registre du Chemical abstract Service)

<sup>b</sup> Spectral database for organic compounds (SDBS).

**Tableau 2 — Composés chlorophénoliques cibles et fractions massiques correspondantes des composés acétylés respectifs pour la détection SM**

Composé	CAS-RN <sup>a</sup>	Formule chimique	Composés acétylés Fragmentation			
			1 <sup>st</sup> mass	Intensité relative %	2 <sup>ème</sup> masse	Intensité relative %
2-chlorophénol	95-57-8	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OCl	128	100	130	34
3-chlorophénol	108-43-0	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OCl	128	100	130	29
4-chlorophénol	106-48-9	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OCl	128	100	130	35
2,6-dichlorophénol	87-65-0	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OCl <sub>2</sub>	162	100	164	67
2,4-dichlorophénol	120-83-2	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OCl <sub>2</sub>	162	100	164	66
2,5-dichlorophénol	583-78-8	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OCl <sub>2</sub>	162		164	
3,5-dichlorophénol	591-35-5	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OCl <sub>2</sub>	162	100	164	66
2,3-dichlorophénol	576-24-9	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OCl <sub>2</sub>	162	100	164	66
3,4-dichlorophénol	95-77-2	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OCl <sub>2</sub>	162	100	164	66
2,4,6-trichlorophénol	88-06-2	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> OCl <sub>3</sub>	196	100	198	98
2,3,6-trichlorophénol	933-75-5	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> OCl <sub>3</sub>	196	100	198	100
2,3,5-trichlorophénol	933-78-8	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> OCl <sub>3</sub>	196	100	198	100
2,4,5-trichlorophénol	95-95-4	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> OCl <sub>3</sub>	196	96,1	198	100
2,3,4-trichlorophénol	15950-66-0	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> OCl <sub>3</sub>	196	100	198	98
3,4,5-trichlorophénol	609-19-8	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> OCl <sub>3</sub>	196	100	198	100
2,3,4,5-tétrachlorophénol	4901-51-3	C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> OCl <sub>4</sub>	230	—	232	—
2,3,5,6-tétrachlorophénol	935-95-5	C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> OCl <sub>4</sub>	230	79	232	100
2,3,4,6-tétrachlorophénol	58-90-2	C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> OCl <sub>4</sub>	230	78	232	100
pentachlorophénol	87-86-5	C <sub>6</sub> HOCl <sub>5</sub>	264	66	266	100

<sup>a</sup> Chemical abstract service registry number (Numéro de registre du Chemical abstract service).

## 2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

ISO 10381-1, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 1 : Lignes directrices pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*

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 18512, *Qualité du sol — Lignes directrices relatives au stockage des échantillons de sol à long et à court termes*

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

### 3 Principe

La méthode décrite ici repose sur deux étapes. La première étape inclut une extraction solide/liquide : les phénols sont extraits du sol humide avec du méthanol à faible pH. La deuxième étape est la dérivation des phénols obtenus dans une aliquote de méthanol dans une solution de carbonate aqueuse avec de l'anhydride acétique ; les dérivés formés sont extraits de cet échantillon avec du cyclohexane. La fraction de cyclohexane est analysée par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse.

### 4 Interférences

#### 4.1 Interférences avec l'échantillonnage et l'extraction

Verrerie de laboratoire habituelle, adéquatement nettoyée et exempte de composés interférents. Ne pas utiliser n'importe quel récipient en plastique car les phénols peuvent être adsorbés par ceux-ci. Les matières plastiques peuvent également contribuer à former des impuretés dans le matériau prélevé. Les tensioactifs présents dans l'échantillon peuvent perturber le bon déroulement de l'extraction des phénols.

#### 4.2 Interférences avec le dosage CPG/SM

Les substances qui ont un temps de rétention identique ou proche de celui des analytes cibles et qui donnent les mêmes fragments massiques (c'est-à-dire les phénols isomères autres que ceux indiqués dans le tableau) peuvent interférer avec le dosage.

### 5 Réactifs

Durant l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau au moins de qualité 1 telle que définie dans l'ISO 3696.

Utiliser uniquement des étalons de haute pureté certifiés et disponibles dans le commerce.

#### 5.1 Produits utilisés sous leur forme commerciale

**5.1.1 Gaz pour chromatographie en phase gazeuse**, d'une pureté telle que recommandée par le fabricant de chromatographes en phase gazeuse.

**5.1.2 Méthanol**, CH<sub>3</sub>OH, ayant une fraction massique de 99,5 %.

**5.1.3 Cyclohexane**, C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>, ou autre solvant hydrocarboné tel que l'heptane.

**5.1.4 Acide chlorhydrique**, HCl, concentré, ayant une fraction massique de 37 %.

**5.1.5 Hydroxyde de sodium**, NaOH.

**5.1.6 Carbonate de potassium**, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.



**5.1.7 Anhydride acétique,  $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ , anhydre.**

**5.1.8 Sulfate de sodium,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , anhydre.**

Peser des fractions de 2 g de sulfate de sodium dans des tubes à essai équipés de bouchons garnis de polytétrafluoroéthylène (PTFE). Sécher les tubes à essai à  $(550 \pm 20)^\circ\text{C}$  pendant  $4 \text{ h} \pm 30 \text{ min}$  sans les bouchons. Les placer dans un dessiccateur et les laisser refroidir. Une fois refroidis, les boucher et les conserver à température ambiante. Du sulfate de sodium peut également être séché en plus grande quantité et conservé dans un dessiccateur après refroidissement. Le cas échéant, peser des fractions de 2 g dans des tubes.

**5.1.9 Étalons de phénol et de chlorophénols sélectionnés** indiqués dans le Tableau 1 et le Tableau 2.

**5.1.10 Étalons de fluorophénol sélectionnés** indiqués dans le Tableau 1 comme étalons internes.

NOTE D'autres composés tels que les phénols isotopiques et deutérés, qui ne peuvent pas interférer avec le mesurage par CPG/SM, peuvent également être utilisés comme étalons internes.

## 5.2 Solutions aqueuses

**5.2.1 Solution d'hydroxyde de sodium,  $\text{NaOH}$ ,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .**

**5.2.2 Solution d'hydroxyde de sodium,  $\text{NaOH}$ ,  $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .**

**5.2.3 Solution de carbonate de potassium,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $c(\text{K}_2\text{CO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .**

**5.2.4 Solution de carbonate de potassium,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $c(\text{K}_2\text{CO}_3) = 5,2 \text{ mol/l}$ .**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 5.3 Solutions étalons de phénols

[ISO/TS 17182:2014](#)

**5.3.1 Solution d'étalon interne.** [standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c51472-ab87-4b09-83b5-f0d0976a9c2e/iso-ts-17182-2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7c51472-ab87-4b09-83b5-f0d0976a9c2e/iso-ts-17182-2014)

### 5.3.1.1 Généralités

Les fluorophénols peuvent être utilisés comme étalons internes appropriés.

### 5.3.1.2 Solution mère

Préparer la solution mère en pesant les fluorophénols (5.1.10) et en les dissolvant dans du méthanol (5.1.2). Une concentration appropriée est de 1 mg/ml. Répartir la solution mère dans des flacons de 5 ml équipés de bouchons hermétiques, à raison de 1,5 ml dans chaque flacon, et conserver à  $-18^\circ\text{C}$ .

NOTE Les solutions mères sont stables pendant au moins six mois lorsqu'elles sont conservées à l'abri de la lumière et à  $4^\circ\text{C}$ . Elles sont stables pendant au moins un an à  $-18^\circ\text{C}$ .

### 5.3.1.3 Solution de travail

Préparer cette solution de travail en diluant la solution mère (5.3.1.2) avec de l'eau distillée. Une concentration appropriée est de 100  $\mu\text{g/ml}$ .

## 5.3.2 Solutions d'étalons individuels de phénols

### 5.3.2.1 Généralités

L'Annexe A indique les concentrations types des solutions étalons.

### 5.3.2.2 Solution mère

Peser chacun des étalons de phénols (5.1.9) dans la même fiole jaugée ou dans une autre fiole jaugée et les dissoudre dans du méthanol (5.1.2). Une concentration appropriée est de 0,5 mg/ml. Répartir la ou les solution(s) mère(s) dans des flacons de 5 ml équipés de bouchons garnis de PTFE, à raison de 1,5 ml dans chaque flacon, et conserver à - 18 °C.

NOTE Les solutions mères sont stables pendant au moins six mois lorsqu'elles sont conservées à l'abri de la lumière et à 4 °C. Elles sont stables pendant au moins un an à - 18 °C.

### 5.3.2.3 Solution de travail

Diluer la ou les solution(s) mère(s) (5.3.2.2) avec de l'eau distillée dans une solution de travail. Une concentration appropriée est de 50 µg/ml.

## 6 Appareillage et équipement

### 6.1 Exigences générales

Verrerie de laboratoire habituelle, adéquatement nettoyée et exempte de composés interférents. Ne pas utiliser n'importe quel récipient en plastique car les phénols peuvent être adsorbés par ceux-ci ou les matières en plastique peuvent également contribuer à former des impuretés dans le matériau prélevé.

### 6.2 Système de chromatographie en phase gazeuse

**6.2.1 Chromatographe en phase gazeuse**, équipé d'un système d'injection non discriminant, d'une colonne capillaire et d'un spectromètre de masse comme détecteur (CPG/SM).

**6.2.2 Colonnes capillaires**, comprenant chacune une phase stationnaire de phénylméthylsilicone à 5 % recouvrant une colonne capillaire en silice fondue ou une colonne à phases chimiquement liées équivalente. Il convient que leurs dimensions soient suffisantes pour séparer les paires critiques mentionnées ci-dessous. En général, il convient que la longueur de la colonne mesure 30 m, que le diamètre intérieur soit de 0,25 µm et que l'épaisseur du film soit de 0,2 µm.

Une résolution suffisante (0,7) entre les pics chromatographiques des paires critiques telles que le m-crésol et le p-crésol doit être définie comme critère de qualité pour la colonne capillaire. Sinon, la somme des deux isomères doit être rapportée.

### 6.3 Bain à ultrasons

**6.4 Agitateur**, à mouvement horizontal (200 mouvements par minute à 300 mouvements par minute).

## 7 Échantillonnage

Prélever les échantillons conformément à l'ISO 10381-1 et les prétraiter selon l'ISO 14507.

Les échantillons doivent être prélevés dans des récipients en verre équipés de bouchons en PTFE. Il est recommandé de remplir les récipients en entier.

Conserver les échantillons à l'intérieur du laboratoire à l'abri de la lumière conformément à l'ISO 18512. Dans certains cas, les phénols peuvent être sujets à la conversion microbienne. Il est recommandé de congeler les échantillons s'ils sont conservés pendant plus de 2 jours.

Les phénols présents dans le sol étant sujets à la biodégradation, certains des phénols sont volatils, il convient de remplir les récipients pour échantillons sur place avec du méthanol pour préserver les phénols. Il convient de

peser au préalable en laboratoire les flacons contenant les réactifs avant de les remplir de matériau prélevé et de les peser à nouveau dès leur arrivée au laboratoire.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Prise d'essai

Au moins 10 g de sol humide sont prélevés directement du récipient, à 0,01 g près. L'échantillon est prélevé avec une cuillère ou une spatule en mélangeant le sol du mieux possible.

### 8.2 Teneur en matière sèche

La teneur en matière sèche du sol doit être déterminée dans un sous-échantillon du même récipient selon l'ISO 11465.

### 8.3 Blancs

Les blancs doivent être traités exactement de la même manière que des échantillons normaux, à la différence que la prise d'essai (8.1) est remplacée par 10 g de matrice d'échantillon connue pour être exempte de phénols.

### 8.4 Étalons

Les étalons doivent être traités exactement de la même manière que des échantillons normaux, à la différence que la prise d'essai (8.1) est remplacée par 50 µl de solution d'étalon de travail (5.3.2.3) et 10 g de matrice d'échantillon connue pour être exempte de phénols.

### 8.5 Extraction

Prélever une prise d'essai de 10 g de sol et la placer dans une fiole conique. Ajouter 50 µl de solution d'étalon interne de travail (5.3.1.3), 75 ml de méthanol (5.1.2), et 0,5 ml d'acide chlorhydrique (5.1.4).

En cas de concentrations élevées, il convient d'ajouter une quantité supérieure d'étalon interne.

Passer l'échantillon aux ultrasons pendant 10 min puis agiter pendant au moins 30 min à raison de 200 mouvements par minute à 300 mouvements par minute. Laisser l'échantillon sédimenter et transférer une aliquote de l'extrait de méthanol (par exemple, 10 ml) dans une ampoule à décanter avec 50 ml de solution aqueuse de carbonate de potassium (5.2.3).

Certains types de sol sont acides, contiennent des carbonates ou ont un fort pouvoir tampon. Dans ces cas-là, les quantités d'acide et de base ajoutées ne sont pas suffisantes pour atteindre un pH assez faible. Lorsque des phénols doivent être analysés dans ces types de sol, vérifier que le pH a une valeur inférieure à 3 au cours de l'étape d'extraction.

### 8.6 Acétylation

#### 8.6.1 Acétylation de l'extrait

Acétyler les phénols et les chlorophénols dans 50 ml de solution de carbonate de potassium (5.2.3) de la façon suivante : Ajouter 2 ml de solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (5.2.2) et 1 ml d'anhydride acétique (5.1.7) dans l'extrait et agiter énergiquement le mélange pendant 2 min pour libérer le dioxyde de carbone formé dans l'ampoule. Laisser reposer le mélange pendant 10 min tout en agitant de temps en temps, puis ajouter 10 ml de cyclohexane (5.1.3). Agiter l'ampoule et laisser les deux phases se séparer. Transférer la plus grande quantité possible de la phase cyclohexane dans un tube contenant 20 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (5.1.8) en vue de la déshydrater. Après agitation, transférer la solution de cyclohexane dans un autre flacon contenant du Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et conserver à 4 °C. L'analyse des phénols acétylés doit être effectuée le plus rapidement possible (dans les 48 h) car les acétates sont assez sensibles à l'hydrolyse.