
**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)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Water quality — Determination of short-chain polychlorinated
alkanes (SCCP) in water — Method using gas chromatography-mass
spectrometry (GC-MS) and negative-ion chemical ionization (NICI)*

[ISO 12010:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2e9c0c6-a693-4bef-8806-5c58db84a831/iso-12010-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2e9c0c6-a693-4bef-8806-5c58db84a831/iso-12010-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 12010:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2e9c0c6-a693-4bef-8806-5c58db84a831/iso-12010-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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
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 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Interférences	2
6 Réactifs et étalons	3
6.1 Solvants d'extraction et de préparation des solutions mères.....	3
6.2 Solutions mères de SCCP de référence.....	3
6.3 Solutions mères d'étalon interne préparées à partir de congénères individuels.....	5
6.4 Solutions d'étalonnage.....	5
7 Appareillage	6
8 Échantillonnage et prétraitement des échantillons	7
9 Mode opératoire	7
9.1 Extraction par la méthode d'extraction liquide-liquide.....	7
9.2 Extraction contenant une quantité plus élevée de matières en suspension.....	8
9.3 Purification de l'extrait.....	8
9.4 Mesurage et intégration du chromatogramme.....	9
9.5 Étalonnage.....	10
9.5.1 Généralités.....	10
9.5.2 Étalonnage de base.....	10
9.5.3 Identification et quantification au moyen de combinaisons de fragments massiques.....	11
9.5.4 Calcul des résultats.....	12
9.5.5 Vérification qualité de l'étalonnage interne.....	12
10 Expression des résultats	12
11 Rapport d'essai	13
Annexe A (normative) Solutions pour les vérifications indépendantes de contrôle qualité	14
Annexe B (informative) Principe de l'étalonnage de la somme des SCCP par régression linéaire multiple	16
Annexe C (informative) Conditions GC-MS typiques	22
Annexe D (informative) Chromatogrammes typiques obtenus avec les solutions étalons et les solutions pour les vérifications de contrôle qualité à 1 µg/ml	25
Annexe E (informative) Représentation de la qualité de l'ajustement	31
Annexe F (normative) Purification alternative par chromatographie sur colonne	32
Annexe G (informative) Purification alternative par chromatographie d'exclusion stérique	35
Annexe H (informative) Chromatogrammes d'échantillons réels de MES	36
Annexe I (informative) Données de performance	39
Bibliographie	41

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).

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 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).

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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant : www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 12010:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes :

- les valeurs m/z (rapports masse/charge) pour la quantification et l'identification ;
- les solutions d'étalonnage ;
- le mode opératoire de purification par chromatographie d'exclusion stérique ;
- la réduction de l'impact des interférences.

Introduction

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

Le présent document produit des effets de synergie dans le travail pratique de laboratoire. Les points suivants permettent de combiner partiellement l'analyse d'eau et de sédiments :

- 1) même combinaison de masse que pour l'analyse de sédiments (voir l'ISO 18635^[2]);
- 2) mêmes solutions d'étalonnage que pour l'analyse de sédiments (voir l'ISO 18635) ;
- 3) même purification par chromatographie d'exclusion stérique que pour l'analyse de sédiments (voir l'ISO 18635).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12010:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2e9c0c6-a693-4bef-8806-5c58db84a831/iso-12010-2019>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12010:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2e9c0c6-a693-4bef-8806-5c58db84a831/iso-12010-2019>

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 du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il relève de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des pratiques de santé et de sécurité appropriées.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

Le présent document 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 50 % à 67 %, contenant environ 6 000 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 (GC-MS) en mode d'ionisation négative par capture d'électrons (GC-ECNI-MS).

En fonction de la capacité de l'instrument de GC-ECNI-MS, la plage de concentration de la méthode se situe entre 0,1 µg/l ou inférieur et 10 µg/l. Selon la matrice de l'échantillon d'eau usée, la plus petite concentration détectable est estimée comme étant > 0,1 µg/l. Les données de l'essai interlaboratoires portant sur cette méthode sont présentés dans l'[Annexe I](#).

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. 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 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes :

- ISO Online browsing platform : disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp> ;
- IEC Electropedia : disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>.

4 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 50 % et 67 % (soit, par exemple, environ 4 atomes à 10 atomes de chlore par molécule en moyenne) et demeure indépendante du mode de répartition des chaînes carbonées des congénères. Il n'est pas nécessaire de chercher à connaître la teneur en chlore.

La somme des SCCP analysée comprend la diversité des SCCP avec leurs différents teneurs en chlore et leurs différents modes de répartition des chaînes carbonées telles que rencontrées dans les mélanges techniques, ainsi que dans les compositions présentes dans l'environnement (Références [5] à [9]).

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 (GC) 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 (MS) en mode suivi d'ions sélectionnés, fonctionnant en mode d'ionisation négative par capture électronique (ECNI). Les fragments massiques et les compositions des solutions d'étalonnage utilisées dans le présent document sont essentiels pour l'analyse de la somme des SCCP (voir les Références [3] et [4]).

Le chromatogramme de l'ion sélectionné 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. L'étalonnage nécessite au moins les trois mélanges étalons de compositions différentes spécifiés, dopés par ajout d'un étalon interne.

Ces mélanges étalons reproduisent différents mélanges rencontrés dans l'environnement. Dans cette méthode, seule la quantification par régression linéaire multiple avec trois mélanges spécifiques permet la quantification de la diversité des mélanges observés de SCCP dans l'environnement et dans les compositions techniques, décrite dans l'Article 1 et dans les Références [3] et [4]. Il est impossible d'utiliser uniquement un mélange de référence pour cette tâche complexe.

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

5 Interférences

Les interférences non spécifiques liées à la matrice ou provenant d'autres sources environnementales sont prises en compte en appliquant une étape de purification. Une réduction supplémentaire des effets de matrice peut être atteinte en réduisant le pouvoir de résolution du spectromètre de masse, par exemple à 0,4 u, ce qui est souvent possible avec un analyseur quadripolaire. Les valeurs *m/z* exactes sont 374,958 8 ; 410,916 9 ; 422,935 5 ; 448,810 6 (voir la Référence [8]).

En appliquant le mode opératoire complet à l'aide du mode opératoire de purification donné en 9.3, une sélection des polluants chlorés a été soumise à essai et aucun ne s'est avéré provoquer des interférences en dessous des concentrations données dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Niveau de concentration maximal qui ne produit aucune interférence supérieure à la limite de quantification de 0,1 µg/l

Composés susceptibles de provoquer des interférences	Niveau de concentration maximal qui ne produit aucune interférence supérieure à la limite de quantification de 0,1 µg/l
Aroclor 1262 ^a	1,25 µg/l
Aroclor 1242 ^a	10 µg/l
Aroclor 1221 ^a	10 µg/l
Camphchlor (toxaphène)	1,75 µg/l
Halowax 1014 ^a	10 µg/l
Halowax 1051 ^a	0,4 µg/l
MCCP (<i>n</i> -alcanes chlorés à chaîne moyenne en C ₁₄ -C ₁₇) 42 % de chlore	10 µg/l
MCCP (<i>n</i> -alcanes chlorés à chaîne moyenne en C ₁₄ -C ₁₇) 52 % de chlore	6 µg/l
MCCP (<i>n</i> -alcanes chlorés à chaîne moyenne en C ₁₄ -C ₁₇) 57 % de chlore	10 µg/l

^a Aroclor 1262, Aroclor 1242, Aroclor 1221, Halowax 1014 et Halowax 1051 sont des exemples de produits appropriés disponibles dans le commerce. Ces exemples sont donnés à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifient nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

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

6.1 Solvants d'extraction et de 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 (7.1).

Pour la préparation de la solution mère et des dilutions de l'étalon interne, utiliser de 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'élution des matières en suspension filtrées, utiliser le méthanol (CH₃OH).

6.2 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 2). Sinon, employer des solutions prêtes à l'emploi disponibles dans le commerce avec la même composition.

Des mélanges de solutions synthétiques ont été utilisés pour simuler des SCCP ou des mélanges techniques de SCCP rencontrés dans l'environnement. Par exemple, la solution mère d'étalonnage mélangée synthétique « Eau du lac Ontario » est mélangée pour ressembler à l'eau du lac Ontario, tel que décrit dans la Référence [6]. Sa caractéristique est une teneur relativement élevée en C₁₀ à C₁₂, particulièrement en C₁₂, et une faible teneur en chlore, tel que cela a été également partiellement relevé dans les échantillons d'eau. La solution mère d'étalonnage mélangée synthétique « Perche » simule une répartition des chaînes carbonées trouvées dans une perche (voir la Référence [7]). Le mélange étalon

« Sédiment Drevnice » simule un mélange naturel décrit à propos d'un sédiment provenant du cours d'eau Drevnice (voir la Référence [8]), avec une haute teneur en C₁₃ et une teneur en chlore plus élevée.

Les compositions des solutions d'étalonnage ainsi que des solutions d'assurance qualité indépendantes sont obligatoires pour obtenir la quantification de la diversité des mélanges de SCCP.

Préparer les solutions « Eau du lac Ontario », « Perche » et « Sédiment Drevnice » conformément au [Tableau 2](#).

Tableau 2 — Solutions mères de substances de référence

Solutions étalons commercialement disponibles			Solutions mères de substances de référence selon 6.2 (Mélanges synthétiques de solutions étalons, proches de la composition des mélanges environnementaux, ng/ml)		
Longueur de la chaîne <i>n</i> -alcane	Teneur en chlore des mélanges des chaînes carbonées individuelles (%), tel que certifiée	Nombre moyen d'atomes de chlore dans les molécules (calculé)	« Eau du lac Ontario » Teneur en chlore ^a 50,2 %	« Perche » Teneur en chlore ^a 60,6 %	« Sédiment Drevnice » Teneur en chlore ^a 65,0 %
C ₁₀	50,18	3,97	1 000		
C ₁₀	55,00	4,79	1 000		
C ₁₀	60,09	5,86		500	
C ₁₀	65,02	7,16		1 100	280
C ₁₁	45,50	3,63	1 000		
C ₁₁	50,21	4,37	1 000		
C ₁₁	55,20	5,31		600	
C ₁₁	60,53	6,55		1 000	500
C ₁₁	65,25	7,94		3 000	660
C ₁₂	45,32	3,93	2 000		
C ₁₂	50,18	4,76	2 000	800	
C ₁₂	55,00	5,74	2 000	2 000	
C ₁₂	65,08	8,59		900	1 000
C ₁₂	69,98	10,62			830
C ₁₃	59,98	7,56		100	730
C ₁₃	65,18	9,34			6 000
Somme des SCCP (ng/ml)			10 000	10 000	10 000

^a La teneur en chlore des mélanges est calculée en tant que moyenne pondérée.

Conserver les solutions préparées au réfrigérateur entre 2 °C et 8 °C. À condition d'éviter toute perte de solvant par évaporation, les solutions peuvent être utilisées pendant cinq ans.

Utiliser également des solutions du commerce, par exemple dans le cyclohexane ou le *n*-hexane, des solutions mères de substances de référence de SCCP (voir les trois dernières colonnes du [Tableau 2](#)), par exemple la solution DRE-ZS22102105HP¹⁾. Voir la Référence [8].

1) DRE-ZS22102105HP est un exemple de solution adaptée commercialement disponible. Ces exemples sont donnés à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifient nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

6.3 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) (6.1), à une concentration de, par exemple, 1 µg/ml.

Par exemple, des congénères individuels de SCCP de teneur en chlore entre 50 % 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 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 engendrer 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 8 °C.

6.4 Solutions d'étalonnage

Utiliser les mélanges étalons (conformément au Tableau 2), Préparer neuf solutions d'étalonnage au minimum (voir le Tableau 3), à des concentrations conformes à la capacité de détection du spectromètre de masse. Combiner et diluer les solutions (6.2) et la solution d'étalon interne (6.3) avec du *n*-heptane, de manière à préparer des solutions correspondant à la plage d'étalonnage.

Tableau 3 — Solutions d'étalonnage

Somme des SCCP, µg/ml	« Eau du lac Ontario » µg/ml	« Perche » µg/ml	« Sédiment Drevnice » µg/ml	Étalon interne par exemple, octachloro- 1,1,1,3,11,13,13,13-tridécane µg/ml
0,15	0,15			0,1
0,15		0,15		0,1
0,15			0,15	0,1
0,3	0,3			0,1
0,3		0,3		0,1
0,3			0,3	0,1
0,6	0,6			0,1
0,6		0,6		0,1
0,6			0,6	0,1

Les solutions peuvent être stockées au réfrigérateur entre 2 °C et 8 °C pendant au moins six mois. Vérifier avant utilisation la concentration des solutions d'étalonnage par rapport à un étalon préparé de manière indépendante.

Des solutions de contrôle qualité doivent être préparées pour vérifier l'étalonnage de façon indépendante. À cet effet, utiliser les mélanges tel qu'indiqué dans l'Annexe A.

6.5 Extraction des matières auxiliaires et de purification

6.5.1 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.

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

6.5.3 Oxyde d'aluminium, Al₂O₃, neutre, haute activité (10 % d'eau).

6.5.4 Laine de verre

6.6 Gaz vecteurs, pour GC-MS, de grande pureté et conformes aux spécifications du fabricant.

6.7 Azote, N₂, pureté ≥ 99,996 % en fraction volumique, pour concentrer les solutions.

6.8 Sulfate de sodium, anhydre, Na₂SO₄, sous forme de poudre.

6.9 Solution d'essai 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 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) (6.1).

7.1 Flacons en verre à fond plat, à épaulement conique, 1 000 ml, pour le prélèvement des échantillons d'eau, de préférence munis de bouchons en verre.

Le flacon de prélèvement doit permettre de réaliser une extraction de l'échantillon directement dans le flacon.

Avant utilisation, le conditionner en rinçant le flacon de prélèvement sec avec par exemple 2 ml d'isooctane (6.1). Puis le renverser et laisser le solvant s'écouler et s'évaporer.

7.2 Dispositif d'évaporation, par exemple évaporateur rotatif ou système d'évaporation sous azote.

7.3 Séparateur, par exemple micro-séparateur conforme à l'ISO 6468[1] ampoule à décanter ou tout autre dispositif adapté permettant de séparer des phases.

7.4 Flacons, compatibles avec le passeur d'échantillons du GC (de capacité 1,5 ml, par exemple).

7.5 Colonne chromatographique, de diamètre intérieur 10 mm, vide, pour la purification.

7.6 Chromatographe en phase gazeuse, à température programmable, muni de tous les accessoires requis, parmi lesquels les gaz, la colonne capillaire, l'injecteur avec division/sans division de débit et le détecteur à spectromètre de masse équipé de l'option d'ionisation chimique négative et du gaz réactant approprié (CH₄).

7.7 Fioles jaugées, 1 ml, 2 ml, 10 ml et 25 ml.

7.8 Pipettes Pasteur jetables en verre, par exemple de 150 mm ou 250 mm.

7.9 Seringues, 2 µl, 5 µl, 10 µl et 50 µl.

7.10 Colonne analytique

Colonne en silice fondue garnie d'une phase séparatrice moyennement polaire ou non polaire à faible relargage (voir des exemples dans l'[Annexe C](#)) ; par exemple de diamètre intérieur < 0,25 mm, de longueur 15 m et d'épaisseur de film 0,1 µm.

7.11 Filtre en fibre de verre, sans liant, porosité fine (rétention des particules < 0,45 µm).

7.12 Dispositif de filtration sous vide, volume 1 l.

7.13 Dispositif d'agitation ou agitateur magnétique (avec barreau magnétique).

7.14 Système de purification par chromatographie d'exclusion stérique (avec conception modulaire).

7.14.1 Pompe, injecteur d'échantillonnage, casier à échantillons, échantillonneur de fraction

7.14.2 Colonne de chromatographie d'exclusion stérique : Shodex CLNpakPAE 800 AC²⁾, porosité maximale 40 nm, dimensions de colonne 80 mm (diamètre interne) × 300 mm (longueur).

8 Échantillonnage et prétraitement des échantillons

Prélever les échantillons comme spécifié dans l'ISO 5667-1 et l'ISO 5667-3. Utiliser des flacons en verre conditionnés ([7.1](#)) pour prélever les échantillons d'eau (1 l par échantillon). Ne pas remplir complètement les flacons de prélèvement (par exemple les remplir jusqu'à l'épaulement) de façon à pouvoir ajouter le solvant d'extraction.

Les échantillons sont soumis à extraction sans filtration préalable. Les solides en suspension ne sont pas éliminés avant l'analyse.

Peser le flacon de prélèvement avec son contenu et son bouchon, à 1 g près, et noter la masse pour une utilisation ultérieure. Secouer vigoureusement le flacon pour homogénéiser l'échantillon d'eau. Ajouter la solution d'étalon interne ([6.3](#)) pour obtenir, par exemple, une concentration de 0,1 µg/l dans l'échantillon d'eau. Noter la masse, en microgrammes, d'étalon interne ajoutée. Secouer vigoureusement le flacon.

9 Mode opératoire

9.1 Extraction par la méthode d'extraction liquide-liquide

Ajouter 10 ml de solvant d'extraction, le *n*-heptane ([6.1](#)), dans le flacon, puis agiter ou secouer celui-ci ([7.13](#)) vigoureusement pendant environ 2 h, afin de réaliser l'extraction directement dans le flacon de prélèvement. Laisser les phases se séparer et utiliser le séparateur ([7.3](#)) pour recueillir l'extrait organique dans un tube distinct. Si une émulsion se forme, la casser en la centrifugeant et/ou en ajoutant du sulfate de sodium ([6.8](#)) dans le tube. Éliminer la phase aqueuse résiduelle. Transférer le solvant du tube dans le dispositif d'évaporation ([7.2](#)) ou évaporer précautionneusement le solvant sous un léger courant d'azote ([6.7](#)) (à une température de 40 °C) jusqu'à 1 ml environ. Peser le flacon de

2) Shodex CLNpakPAE 800 AC est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cet exemple est donné à titre pratique aux utilisateurs du présent document et ne signifie nullement l'approbation de ce produit par l'ISO.