

NORME ISO
INTERNATIONALE 20596-2

Première édition
2021-01

**Qualité de l'eau — Détermination des
méthylsiloxanes cycliques volatils
dans l'eau —**

Partie 2:
**Méthode par extraction liquide-
liquide avec chromatographie
en phase gazeuse couplée à la
spectrométrie de masse (CG-SM)**

*Water quality — Determination of cyclic volatile methylsiloxanes in
water —*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14127cfb-fbf5-4a53-87d9-ddd114cf0df9/iso-20596-2>
*Part 2: Method using liquid-liquid extraction with gas
chromatography-mass spectrometry (GC-MS)*



Numéro de référence
ISO 20596-2:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20596-2:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14127cfb-fbf5-4a53-87d9-ddd114cf0df9/iso-20596-2-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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 Termes et définitions	2
4 Principe	2
4.1 Principe de préservation et d'extraction	2
5 Interférences	2
5.1 Interférences avec le prélèvement et le traitement	2
5.2 Interférences avec la CG-SM	3
5.3 Interférences avec la mesure	3
6 Réactifs	3
7 Appareillage	5
8 Limites de détection de la méthode	6
9 Contrôle qualité	6
10 Prélèvement et stockage	6
10.1 Préparation en vue du prélèvement	6
10.2 Prélèvement de l'échantillon	7
11 Extraction et analyse	7
11.1 Extraction	7
11.2 Conditions de CG et protocole	7
12 Étalonnage	7
12.1 Exigences générales	7
12.2 Calculs lors de l'étalonnage	8
12.3 Calculs de la concentration	9
12.4 Calcul des résultats	9
12.5 Interprétation des résultats situés en dehors de la gamme d'étalonnage	10
13 Expression des résultats	10
14 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Conditions de CG-SM	11
Annexe B (informative) Limite de détection et limite de quantification de la méthode	13
Annexe C (informative) Exemples d'échantillons de contrôle qualité	14
Annexe D (informative) Données de performance	15
Bibliographie	17

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 www.iso.org/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*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 20596 se trouve sur le site web de l'ISO.

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.

Introduction

La méthode décrite dans le présent document utilise le polyéthylène basse densité pour empêcher la volatilisation des échantillons pendant le transport et le stockage. Les échantillons sont traités par extraction liquide-liquide avec un solvant non polaire avec injection ultérieure sur un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse pour la séparation et la quantification.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 20596-2:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14127cfb-fbf5-4a53-87d9-ddd114cf0df9/iso-20596-2-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14127cfb-fbf5-4a53-87d9-ddd114cf0df9/iso-20596-2-2021>

Qualité de l'eau — Détermination des méthylsiloxanes cycliques volatils dans l'eau —

Partie 2:

Méthode par extraction liquide-liquide avec chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM)

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 de tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de ce document d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la neutralisation et de l'élimination appropriée des solutions de déchets.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits selon le présent document soient exécutés par du personnel titulaire d'une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de certains méthylsiloxanes cycliques volatils (cVMS) dans des échantillons d'eau environnementale avec du polyéthylène basse densité (LDPE) comme conservateur puis extraction liquide-liquide avec de l'hexane contenant des cVMS marqués au ^{13}C comme étalons internes. L'extrait est ensuite analysé par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM).

NOTE Le fait d'utiliser des substances chimiquement identiques marquées au ^{13}C comme étalons internes qui ont les mêmes propriétés que les analytes correspondants, réduit au minimum les possibles discriminations substance spécifique lors des étalonnages. Étant donné que ces substances sont les moins solubles dans l'eau, elles sont introduites dans le système par le solvant d'extraction (hexane).

Le présent document est applicable à la détermination des cVMS suivants, dans les rivières, cours d'eau et eaux usées (eaux brutes et effluentes):

Tableau 1 — Analytes déterminés par cette méthode

Analyte	Formule	Abréviation	Numéro CAS ^a
Octaméthylcyclotétrasiloxane	$\text{C}_8\text{H}_{24}\text{O}_4\text{Si}_4$	D4	556-67-2
Décaméthylcyclopentasiloxane	$\text{C}_{10}\text{H}_{30}\text{O}_5\text{Si}_5$	D5	541-02-6
Dodécaméthylcyclohexasiloxane	$\text{C}_{12}\text{H}_{36}\text{O}_6\text{Si}_6$	D6	540-97-6

^a Numéro de registre du Chemical Abstracts Service.

Cette méthode peut être utilisée pour déterminer les cVMS entre 0,1 µg/l et 250 µg/l. Dans les environnements de laboratoire bien contrôlés où la contamination est réduite au minimum, la limite inférieure du domaine d'application peut être abaissée jusqu'à un facteur 10.

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

ISO 5667-4, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 4: Lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux des lacs naturels et des lacs artificiels*

ISO 5667-6, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 6: Lignes directrices pour l'échantillonnage des rivières et des cours d'eau*

ISO 5667-10, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 10: Lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux résiduaires*

ISO 5667-14, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 14: Lignes directrices sur l'assurance qualité et le contrôle qualité pour l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse — Partie 1: 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 <https://www.electropedia.org/>

4 Principe

4.1 Principe de préservation et d'extraction

Les composés siloxane (D4), (D5) et (D6) sont relativement volatils et ont une faible solubilité dans l'eau, ce qui rend difficile leur quantification précise dans les matrices aqueuses. Le polyéthylène basse densité (LDPE) est ajouté aux échantillons pour empêcher la volatilisation des cVMS au moyen d'une barrière physique partielle entre l'eau et l'espace de tête et d'une matrice sur laquelle les cVMS peuvent s'adsorber. L'hexane est ensuite utilisé pour extraire les fractions des cVMS dissoutes et sorbées. Les extraits dans l'hexane sont ensuite analysés par CG-SM ([Annexe A](#)).

5 Interférences

5.1 Interférences avec le prélèvement et le traitement

Les silicones, notamment les composés D4, D5 et D6, sont couramment utilisées dans les applications industrielles ainsi que dans les produits de soins corporels tels que les démêlants, lotions pour les mains, crèmes solaires et produits cosmétiques (liste non exhaustive). Il convient que les personnes en charge des prélèvements et des analyses s'abstiennent d'utiliser des produits contenant des silicones, pour limiter le risque de contamination de l'échantillon.

De plus, il convient que les utilisateurs s'abstiennent d'utiliser des dispositifs de prélèvement, des récipients de prélèvement, des appareils ou consommables de laboratoire susceptibles de contenir des silicones/siloxanes. Il convient de rincer correctement les surfaces en contact avec l'échantillon avec de l'acétone ou de l'hexane puis de les sécher dans un endroit propre du laboratoire pour éliminer toute contamination.

5.2 Interférences avec la CG-SM

Les silicones sont également couramment présents dans les pièces et consommables du chromatographe en phase gazeuse, y compris les septa des flacons et les inlets. Les types de colonnes CG couramment utilisés sont à base de polydiméthylsiloxane qui, lorsqu'il est exposé à l'humidité ou chauffé, peut dégager des cVMS et contribuer ainsi au bruit de fond. Il est donc vivement recommandé de ne pas utiliser ces types de colonnes CG à base de polydiméthylsiloxane, en particulier lors de l'analyse de concentrations sub-ppb. Il convient que les septa des flacons du passeur d'échantillons soient exempts de silicone ou qu'ils soient au minimum recouverts de polytétrafluoroéthylène sur la face exposée à l'échantillon. Il convient de remplacer le septum d'entrée par un septum Merlin MicroSeal™¹⁾ pour réduire cette source de bruit de fond de contamination. De plus, il convient de sécher tout solvant avant leur injection dans le CG ou bien de veiller à utiliser un solvant dans lequel l'eau n'est soluble qu'au niveau du mg/l.

5.3 Interférences avec la mesure

Pour déterminer l'intégrité du prélèvement, de la préparation et de l'analyse instrumentale des échantillons, il est recommandé de préparer des échantillons de contrôle qualité (CQ). Une série de blancs et d'échantillons dopés constitue un exemple d'échantillons de CQ, pour identifier les éventuelles sources de contamination ou de perte au cours du cycle de vie des échantillons.

6 Réactifs

Il est recommandé de vérifier l'absence (ou la présence seulement en quantités négligeables) de cVMS dans les solvants utilisés.

6.1 Eau, de qualité 1, conformément à la définition donnée dans l'ISO 3696.

6.2 Hexane, C_6H_{14} *n*-hexane ou mélange d'isomères, déterminé comme étant exempt de cVMS.

6.3 Tétrahydrofurane, C_4H_8O .

6.4 Solutions mères d'étalonnage

6.4.1 Substances de référence

Voir [Tableau 1](#).

- Octaméthylcyclotétrasiloxane;
- Décaméthylcyclopentasiloxane;
- Dodécaméthylcyclohexasiloxane.

6.4.2 Solution mère d'étalonnage 1

Peser 30 mg de chacun des étalons répertoriés dans une fiole jaugée de 25 ml et compléter au volume avec de l'hexane ([6.2](#)). La concentration de cette solution est d'environ 1 200 µg/ml.

1) Merlin MicroSeal est l'appellation commerciale d'un produit distribué par Sigma-Aldrich. 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

6.4.3 Solution mère d'étalonnage 2

Diluer la solution mère d'étalonnage 1 (6.4.2) avec de l'hexane (6.2) selon un rapport de 1:250. La concentration de cette solution est d'environ 4 800 ng/ml.

6.4.4 Solution mère d'étalonnage 3

Diluer la solution mère d'étalonnage 2 (6.4.3) avec de l'hexane (6.2) selon un rapport de 1:100. La concentration de cette solution est d'environ 48 ng/ml.

6.5 Solutions mères de dopage

6.5.1 Solution mère de dopage 1

Diluer la solution mère d'étalonnage 1 (6.4.2) avec du tétrahydrofurane (6.3) selon un rapport de 1:100. La concentration de cette solution est d'environ 12 µg/ml.

6.5.2 Solution mère de dopage 2

Diluer la solution mère de dopage 1 (6.5.1) avec du tétrahydrofurane (6.3) selon un rapport de 1:50. La concentration de cette solution est d'environ 240 ng/ml.

6.6 Solutions de travail d'étalons internes

6.6.1 Étalons internes individuels

cVMS marqués au ^{13}C . Les produits courants disponibles auprès des fournisseurs sont les suivants:

- ^{13}C -D4, tel que 2,4,6,8- $^{13}\text{C}_4$ -octaméthylcyclotétrasiloxane; ou
- 2,2,4,4,6,6,8,8- $^{13}\text{C}_8$ -octaméthylcyclotétrasiloxane;
- ^{13}C -D5, tel que 2,4,6,8,10- $^{13}\text{C}_5$ -décaméthylcyclopentasiloxane; ou
- 2,2,4,4,6,6,8,8,10,10- $^{13}\text{C}_{10}$ -décaméthylcyclopentasiloxane;
- ^{13}C -D6, tel que 2,4,6,8,10,12- $^{13}\text{C}_6$ -dodécaméthylcyclohexasiloxane.

6.6.2 Solution mère d'étalon interne 1

Peser 10 mg de l'étalon interne approprié (6.6.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'hexane (6.2). La concentration de cette solution est d'environ 100 µg/ml.

6.6.3 Solution mère d'étalon interne 2

Diluer la solution mère d'étalon interne 1 (6.6.2) avec de l'hexane (6.2) selon un rapport de 1:100. La concentration de cette solution est d'environ 1 000 ng/ml.

6.6.4 Solutions de travail d'étalon interne

Diluer la solution mère d'étalon interne 2 (6.6.3) avec de l'hexane (6.2) selon un rapport de 1:250. La concentration de cette solution est d'environ 4 ng/ml.

6.7 Solutions d'étalonnage

À l'aide du [Tableau 2](#), peser la quantité appropriée de solution mère d'étalonnage 2 (6.4.3) ou de solution mère d'étalonnage 3 (6.4.4) dans une fiole jaugée de 5 ml et diluer au volume avec la solution de travail d'étalon interne (6.6.4). Peser la quantité de solution de travail d'étalon interne ajoutée et

convertir en volume à l'aide de la masse volumique du solvant utilisé. Le [Tableau 2](#) est donné à titre d'exemple, la gamme d'étalonnage peut être modifiée pour répondre aux exigences des échantillons. Il est recommandé d'utiliser au moins cinq solutions d'étalonnage pour tracer la courbe d'étalonnage.

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage

	Solution mère d'étalonnage	Volume μl	Concentration cible ng/ml	Concentration cible (pour 50 ml d'échantillon) μg/l
ÉTALON A	3	20	0,19	0,038
ÉTALON B	3	50	0,48	0,096
ÉTALON C	3	125	1,2	0,24
ÉTALON D	3	275	2,6	0,53
ÉTALON E	3	550	5,3	1,1
ÉTALON F	2	15	14	2,9
ÉTALON G	2	25	24	4,8
ÉTALON H	2	50	48	9,6
ÉTALON I	2	100	96	19,2
ÉTALON J	2	300	288	57,6
ÉTALON K	2	750	720	144
ÉTALON L	2	1 500	1 440	288

7 Appareillage

AVERTISSEMENT — Il convient de rincer correctement les surfaces en contact avec une solution à analyser avec de l'acétone ou de l'hexane et de les laisser sécher dans un endroit propre du laboratoire pour éliminer toute contamination.

7.1 Chromatographe en phase gazeuse/spectromètre de masse

Le chromatographe en phase gazeuse doit avoir une fonction de programmation des températures, avec tous les accessoires nécessaires tels que gaz, colonnes capillaires, passeur d'échantillons et détecteur par spectrométrie de masse. Il convient d'équiper l'inlet avec un septum Merlin MicroSeal™²⁾ pour réduire la contamination au minimum ([5.2](#)).

Il convient que le spectromètre de masse puisse fonctionner sur la gamme de masse d'intérêt (m/z 200 à 500) et qu'il soit équipé d'un système de données capable de quantifier les ions à l'aide de valeurs m/z sélectionnées.

7.2 Colonnes de CG

La colonne recommandée est DB-WAXetr³⁾ (30 m × 0,25 mm de diamètre interne, 0,25 μm d'épaisseur de film). Si les niveaux de blanc s'avèrent suffisamment bas, d'autres colonnes peuvent être utilisées, par exemple Db-5ms³⁾, à condition qu'elles aient été soumises à essai de façon appropriée avant le traitement des échantillons.

2) Merlin MicroSeal est l'appellation commerciale d'un produit distribué par Sigma-Aldrich. 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

3) DB-WAXetr et Db-5ms sont les appellations commerciales de produits distribués Agilent Technologies. 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 des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.