

PROJET  
FINAL

NORME  
INTERNATIONALE

ISO/FDIS  
23646

ISO/TC 190/SC 3

Secrétariat: DIN

Début de vote:  
2021-09-30

Vote clos le:  
2021-11-25

---

---

**Qualité du sol — Détermination  
des pesticides organochlorés par  
chromatographie en phase gazeuse  
avec détection sélective de masse (GC-  
SM) et chromatographie en phase  
gazeuse avec détection par capture  
d'électrons (GC-ECD)**

iTeh STANDARD PDF ECDV  
(standards.itih.ai)

*Soil quality — Determination of organochlorine pesticides by gas chromatography with mass selective detection (GC-MS) and gas chromatography with electron-capture detection (GC-ECD)*

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/44e3e472-fa34-4cbb-8790-8af3d12ea28a/iso-fdis-23646>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



---

---

Numéro de référence  
ISO/FDIS 23646:2021(F)

© ISO 2021

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

ISO/FDIS 23646

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44e3e472-fa34-4cbb-8790-8af3d12ea28a/iso-fdis-23646>



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

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>v</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>vi</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>2</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>3</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Interférences</b> .....	<b>4</b>
5.1    Interférence avec l'échantillonnage et l'extraction .....	4
5.2    Interférence avec la GC .....	4
<b>6</b> <b>Remarques relatives à la sécurité</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>5</b>
7.1    Généralités .....	5
7.2    Réactifs pour l'extraction .....	5
7.3    Réactifs pour la purification .....	5
7.3.1    Purification A à l'aide d'oxyde d'aluminium .....	5
7.3.2    Purification B à l'aide de gel de silice 60 pour la chromatographie sur colonne .....	5
7.3.3    Purification C par chromatographie par perméation de gel (CPG) .....	6
7.3.4    Purification D à l'aide de Florisil® .....	6
7.4    Réactifs pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse .....	6
7.5    Étalons .....	7
7.5.1    Généralités .....	7
7.5.2    Solutions d'étalonnage .....	7
7.5.3    Étalons internes, étalons d'extraction et étalons d'injection .....	7
7.6    Préparation des solutions étalons .....	9
7.6.1    Préparation de solutions d'étalonnage de POC .....	9
7.6.2    Préparation de la solution d'étalon interne .....	10
7.6.3    Préparation de la solution d'étalon d'injection .....	10
7.6.4    Préparation de la solution destinée au contrôle de l'insert .....	10
<b>8</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>10</b>
8.1    Mode opératoire d'extraction et de purification .....	10
8.2    Chromatographe en phase gazeuse .....	11
8.2.1    Généralités .....	11
8.2.2    Colonnes capillaires .....	11
<b>9</b> <b>Stockage et prétraitement des échantillons</b> .....	<b>11</b>
9.1    Stockage des échantillons .....	11
9.2    Prétraitement des échantillons .....	12
<b>10</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>12</b>
10.1    Essai à blanc .....	12
10.2    Extraction .....	12
10.2.1    Généralités .....	12
10.2.2    Mode opératoire d'extraction 1 — Agitation ou sonication .....	13
10.2.3    Mode opératoire d'extraction 2 — Extraction par fluide pressurisé (PLE) .....	14
10.2.4    Mode opératoire d'extraction 3 — Soxhlet .....	14
10.3    Concentration .....	14
10.4    Purification de l'extrait .....	14
10.4.1    Généralités .....	14
10.4.2    Purification A — Oxyde d'aluminium .....	15
10.4.3    Purification B — Gel de silice .....	15
10.4.4    Purification C — Chromatographie par perméation de gel .....	15

10.4.5	Purification D — Florisil® <sup>2)</sup> .....	16
10.5	Ajout de l'étalon d'injection .....	16
10.6	Analyse par chromatographie en phase gazeuse (GC) .....	16
10.6.1	Généralités .....	16
10.6.2	Réglage du chromatographe en phase gazeuse .....	17
10.7	Spectrométrie de masse (MS) .....	17
10.7.1	Réglages du spectromètre de masse .....	17
10.7.2	Étalonnage de la méthode à l'aide d'un étalon interne .....	18
10.7.3	Mesurage .....	19
10.7.4	Identification .....	19
10.7.5	Vérification des performances de la méthode .....	20
10.7.6	Calcul .....	21
10.8	Détection par capture d'électrons (ECD) .....	21
10.8.1	Généralités .....	21
10.8.2	Conditions de l'ECD .....	21
10.8.3	Étalonnage de la méthode à l'aide d'un étalon interne .....	22
10.8.4	Mesurage .....	22
10.8.5	Identification .....	22
10.8.6	Vérification des performances de la méthode par ECD .....	22
10.8.7	Calcul .....	23
<b>11</b>	<b>Caractéristiques de performance</b> .....	<b>23</b>
<b>12</b>	<b>Répétabilité</b> .....	<b>23</b>
<b>13</b>	<b>Rapport d'essai</b> .....	<b>23</b>
<b>Annexe A</b> (informative)	<b>Données de répétabilité et de reproductibilité</b> .....	<b>24</b>
<b>Annexe B</b> (informative)	<b>Stratégie d'étalonnage</b> .....	<b>27</b>
<b>Annexe C</b> (informative)	<b>Exemple de conditions de mesurage par GC-MS/MS pour les POC</b> .....	<b>28</b>
<b>Bibliographie</b>	<a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44e3e472-fa34-4cbb-8790-8af3d12ea28a/iso-fdis-23646">https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44e3e472-fa34-4cbb-8790-8af3d12ea28a/iso-fdis-23646</a> .....	<b>30</b>

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 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 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](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos).

Le présent document a été préparé par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques physiques*.

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

Les pesticides organochlorés (POC) sont des substances organiques de synthèse utilisées partout dans le monde. La grande majorité des POC sont libérés directement dans l'environnement sous forme d'insecticides agricoles, mais sont également utilisés comme sous-produits pour différentes applications, comme conservateur du bois par exemple. Les POC sont rémanents, bioaccumulables et sujets au transport et au dépôt atmosphériques à longue distance. Ils se retrouvent partout dans l'environnement (l'eau, le sol, les sédiments et les déchets) et leur présence fait l'objet d'une surveillance et de contrôles réguliers.

Le présent document décrit la détermination des POC dans le sol et les sédiments. À l'heure actuelle, la plupart des laboratoires de routine procèdent à la détermination des POC dans ces matrices, après avoir effectué des étapes préalables d'échantillonnage, de prétraitement, d'extraction et de purification, en mesurant les POC spécifiques par chromatographie en phase gazeuse couplée à la détection par spectrométrie de masse (GC-MS) ou par chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à capture d'électrons (GC-ECD). La GC-MS/MS est aussi applicable (voir l'[Annexe C](#) pour obtenir un exemple de conditions de mesurage des POC par GC-MS/MS). Les étapes analytiques décrites sont également applicables à la détermination des biphényles polychlorés (PCB). Cependant, une Norme européenne spécifique, l'EN 17322, est consacrée à la détermination des PCB. Bien qu'elles se ressemblent beaucoup, les deux normes se distinguent notamment au niveau des étapes de purification, d'une plus grande diversité pour les PCB.

Au vu des différentes matrices et des composés interférents possibles, le présent document ne décrit pas une seule manière possible de travailler. Plusieurs choix sont proposés, notamment en matière de purification. Il est possible de recourir à la détection par spectrométrie de masse et par capture d'électrons. Trois modes opératoires d'extraction et quatre modes opératoires de purification différents sont décrits. L'utilisation des étalons internes et des étalons d'injection est décrite pour permettre d'avoir un contrôle interne sur le choix de la procédure d'extraction et de purification.

Le présent document est applicable et validé pour plusieurs types de matrices, comme indiqué dans le [Tableau 1](#) (voir aussi l'[Annexe A](#) pour les résultats de la validation),

**Tableau 1 — Matrices pour lesquelles le présent document est applicable et validé**

Matrice	Matériaux utilisés pour la validation
Sol	Sol sableux, pollué par des POC Sol prélevé à proximité de Berlin
Sol riche en humus	Sol riche en humus Mélange de sols prélevé à proximité de Berlin, en Allemagne, et de sol de référence allemand sans PCB
Sédiments	Résultats de la validation tirés de l'ISO 10382 (WC 102 et WC 106)

# Qualité du sol — Détermination des pesticides organochlorés par chromatographie en phase gazeuse avec détection sélective de masse (CG-SM) et chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC-ECD)

**IMPORTANT** — Il est absolument essentiel que les essais menés conformément au présent document soient confiés à du personnel qualifié.

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination quantitative des pesticides organochlorés (POC) et des chlorobenzènes semi-volatils dans les sols et les sédiments, par GC-MS et GC-ECD (voir le [Tableau 2](#)).

**Tableau 2 — Analytes cibles du présent document**

Analyte cible	N° CAS	Formule
Aldrine	309-00-2	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub>
Dieldrine	60-57-1	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> O
Endrine	72-20-8	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> O
Isodrine	465-73-6	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub>
Télodrine	297-78-9	C <sub>9</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>8</sub> O
Heptachlore	76-44-8	C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub>
Heptachlore époxyde (isomère exo, cis)	1024-57-3	C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub> O
Heptachlore époxyde (isomère endo, trans)	28044-83-9	C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub> O
α-Endosulfan	959-98-8	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S
β-Endosulfan	33213-65-9	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S
Endosulfan sulfate	1031-07-8	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S
p,p'-DDE (1,1-dichloro-2,2-bis(4-chlorophényl)éthène)	72-55-9	C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub>
o,p'-DDD (1-(2-chlorophényl)-1-(4-chlorophényl)-2,2-dichloroéthane)	53-19-0	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub>
o,p'-DDT (1,1,1-trichloro-2-(2-chlorophényl)-2-(4-chlorophényl)éthane)	789-02-6	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>4</sub>
p,p'-DDD (1,1-dichloro-2,2-bis(4-chlorophényl)éthane)	72-54-8	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub>
o,p'-DDE (2-(2-chlorophényl)-2-(4-chlorophényl)-1,1-dichloroéthane)	3424-82-6	C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub>
p,p'-DDT (1,1,1-trichloro-2,2-bis(4-chlorophényl)éthane)	50-29-3	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>4</sub>
Méthoxychlore	72-43-5	C <sub>16</sub> H <sub>15</sub> Cl <sub>3</sub> O <sub>2</sub>
HCB Hexachlorobenzène	118-74-1	C <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
α-HCH (α-Hexachlorocyclohexane)	319-84-6	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
β-HCH (β-Hexachlorocyclohexane)	319-85-7	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
γ-HCH (γ-Hexachlorocyclohexane)	58-89-9	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
δ-HCH (δ-Hexachlorocyclohexane)	319-86-8	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>
Hexachloro-1,3-butadiène	87-68-3	C <sub>4</sub> Cl <sub>6</sub>
α-Chlordane	5103-71-9	C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>8</sub>
γ-Chlordane	5103-74-2	C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>8</sub>
1,2,4-Trichlorobenzène	120-82-1	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub>

Tableau 2 (suite)

Analyte cible	N° CAS	Formule
1,2,3-Trichlorobenzène	87-61-6	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub>
1,3,5-Trichlorobenzène	108-70-3	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub>
1,2,3,4-Tétrachlorobenzène	634-66-2	C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub>
1,2,3,5-Tétrachlorobenzène	634-90-2	C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub>
1,2,4,5-Tétrachlorobenzène	95-94-3	C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub>
Pentachlorobenzène	608-93-5	C <sub>6</sub> HCl <sub>5</sub>

La limite de détection et la limite d'application dépendent des analytes, de la prise d'essai, de l'équipement utilisé ainsi que de la qualité des produits chimiques utilisés pour l'extraction de l'échantillon et pour la purification de l'extrait.

Dans les conditions spécifiées dans le présent document, des limites d'application inférieures allant de 1 µg/kg (de matière sèche) pour les sols à 10 µg/kg (de matière sèche) pour les sédiments peuvent être atteintes. La nécessité d'atteindre ces limites d'application inférieures dépend de l'ordre des analyses et des valeurs limites actuelles.

Les propriétés, les niveaux de pollution attendus de POC et la présence de substances interférentes peuvent varier entre les sols et les sédiments. En raison de ces différences, il est impossible de décrire un seul mode opératoire générique. Selon les propriétés des échantillons, le présent document contient des tables de décision concernant les modes opératoires de séchage, d'extraction et de purification. Cette méthode est fondée sur les performances. Elle peut être modifiée si tous les critères de performance donnés sont respectés.

La méthode peut être appliquée à l'analyse d'autres composés chlorés qui ne sont pas spécifiés dans le domaine d'application, dès lors que l'adéquation de la méthode a été prouvée par des expériences de validations internes appropriées.

NOTE Les données de validation sont présentées à l'Annexe A. Le présent document est validé uniquement pour le α-HCH, le β-HCH, le γ-HCH, le δ-HCH, l'o,p'-DDE, le p,p'-DDE, l'o,p'-DDD, le p,p'-DDD, l'o,p'-DDT et le p,p'-DDT. Les données indiquées pour les sédiments sont mesurées au moyen de la détection par ECD. La comparabilité des données ECD et MS concernant l'approche du présent document a été démontrée sur des matrices supplémentaires.

## 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 5667-15, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 15: Lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments*

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 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*

EN 16179, *Boues, bio-déchets traités et sols — Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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/>.

#### 3.1

##### **solution d'étalonnage**

solution de pesticides organochlorés (POC) préparée à partir d'un étalon secondaire et/ou de solutions mères de POC natifs et utilisée pour étalonner la réponse de l'instrument en fonction de la concentration en analyte

#### 3.2

##### **étalon interne**

pesticide organochlorés (POC) marqué ou autre POC peu susceptible d'être présent dans l'échantillon, ajouté à l'échantillon avant l'extraction et utilisé pour la quantification de la teneur en POC

#### 3.3

##### **étalon d'extraction**

substance chimique utilisée uniquement pour vérifier l'efficacité de l'extraction, et non à des fins de quantification

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44e3e472-fa34-4cbb-8790-8af3d12ea28a/iso-fdis-23646>

#### 3.4

##### **étalon d'injection**

pesticide organochloré (POC) marqué ou autre POC peu susceptible d'être présent dans l'échantillon ajouté à l'extrait avant l'injection dans le chromatographe en phase gazeuse, et utilisé pour surveiller la variabilité de la réponse de l'instrument et le taux de récupération des *étalons internes* (3.2)

#### 3.5

##### **étalon de performance**

solution d'étalonnage utilisée pour la détermination des *critères de performance* (3.6), qui contient la même quantité d'étalons internes, d'étalon d'extraction et d'*étalon d'injection* (3.4) que celle utilisée dans les échantillons

#### 3.6

##### **critère de performance**

valeur pour le taux de récupération des étalons qui décrit la capacité de la méthode analytique ou de parties de la méthode analytique

## 4 Principe

En raison de la multiplicité des matrices abordées dans le présent document, il est autorisé d'utiliser différents modes opératoires pour différentes étapes (modules). Le choix des modules qu'il convient d'utiliser dépend de l'échantillon. Le présent document fournit une recommandation. Les critères de performance sont décrits et il incombe aux laboratoires qui appliquent le présent document de montrer que ces critères sont respectés. L'utilisation d'étalons de dopage (étalons internes) permet de vérifier l'efficacité globale d'une combinaison donnée de modules pour un échantillon donné. Mais elle ne fournit pas nécessairement d'informations concernant l'efficacité de l'extraction des POC natifs liés à la matrice.

À l'issue du prétraitement, l'échantillon pour essai est extrait au moyen d'un solvant ou d'un mélange de solvants adapté.

L'extrait est concentré par évaporation. Si nécessaire, les composés interférents sont éliminés à l'aide d'une méthode de purification adaptée à la spécificité de la matrice avant de procéder à cette étape de concentration.

L'extrait est analysé par chromatographie en phase gazeuse. Les composés sont séparés à l'aide d'une colonne capillaire avec une phase stationnaire de faible polarité. La détection est réalisée par spectrométrie de masse (MS) ou à l'aide d'un détecteur à capture d'électrons (ECD). La GC-MS/MS est aussi applicable si les critères de performance décrits (voir [10.7.5](#)) et les caractéristiques de performance (voir [l'Article 11](#)) sont respectés.

Les POC sont identifiés et quantifiés en comparant les temps de rétention relatifs et les hauteurs de pic (ou aires de pic) relatives à ceux des étalons internes ajoutés. L'efficacité du mode opératoire dépend de la composition de la matrice étudiée.

## 5 Interférences

### 5.1 Interférence avec l'échantillonnage et l'extraction

Utiliser des récipients d'échantillonnage constitués de matériaux (de préférence acier, aluminium ou verre) qui n'altèrent pas l'échantillon pendant la période de contact. Éviter d'utiliser des matériaux plastiques ou organiques au cours de l'échantillonnage, du stockage ou de l'extraction de l'échantillon. Conserver les échantillons à l'abri de la lumière directe du soleil et éviter toute exposition prolongée à la lumière.

Au cours du stockage des échantillons, des pertes de POC peuvent survenir sous l'effet de l'adsorption sur les parois des récipients. L'ampleur des pertes dépend de la durée de conservation.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44e3e472-fa34-4cbb-8790-8af3d12ea28a/iso-fdis-23646>

### 5.2 Interférence avec la GC

Les substances qui co-éluent avec les POC cibles peuvent affecter la détermination. Ces interférences peuvent provoquer une résolution incomplète des signaux et peuvent, selon leur amplitude, affecter l'exactitude et à la fidélité des résultats d'analyse. Le chevauchement des pics empêche l'interprétation du résultat. Des pics asymétriques et des pics d'une largeur supérieure à celle des pics correspondants de la substance de référence suggèrent des interférences.

Selon la phase stationnaire utilisée, certains isomères (par exemple, 1,2,4,5- et 1,2,3,5-Tétrachlorobenzène) peuvent co-éluer ou ne pas se séparer complètement. Dans ce cas, il convient de consigner un résultat positif comme la somme des deux isomères ou d'appliquer une autre phase stationnaire afin de garantir leur séparation et ainsi d'obtenir des résultats pour les deux isomères individuels.

## 6 Remarques relatives à la sécurité

Certains POC sont toxiques et doivent être manipulés avec le plus grand soin. Éviter tout contact avec les matériaux solides, les extraits en solvant et les solutions de POC étalons. Il est vivement recommandé de centraliser la préparation des solutions étalons au sein de laboratoires dotés d'un équipement adapté ou de les acheter auprès de fournisseurs spécialisés dans leur préparation.

Les solutions de solvant et les échantillons contenant des POC doivent être éliminés conformément aux prescriptions d'élimination des déchets toxiques.

Des précautions doivent être prises pour manipuler l'hexane en raison de ses propriétés neurotoxiques.

Des précautions doivent être prises eu égard à tous les dangers associés à cette méthode.

## 7 Réactifs

### 7.1 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 [10.1](#). Le blanc doit être inférieur à 50 % de la limite de rapportage la plus basse.

### 7.2 Réactifs pour l'extraction

**7.2.1 Acétone (2-propanone),**  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ .

**7.2.2 n-Heptane,**  $\text{C}_7\text{H}_{16}$ .

**7.2.3 Éther de pétrole,** domaine d'ébullition de 40 °C à 60 °C.

**7.2.4 Solvants de type hexane,** domaine d'ébullition de 30 °C à 89 °C.

**7.2.5 Sulfate de sodium anhydre,**  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Le sulfate de sodium anhydre doit être conservé dans un récipient parfaitement hermétique.

**7.2.6 Eau distillée ou eau de qualité équivalente,**  $\text{H}_2\text{O}$ .

**7.2.7 Chlorure de sodium,**  $\text{NaCl}$ , anhydre.

**7.2.8 Substance de garde.** Solvant organique non polaire présentant un point d'ébullition élevé, tel que l'octane, le nonane, etc.

### 7.3 Réactifs pour la purification

#### 7.3.1 Purification A à l'aide d'oxyde d'aluminium

**7.3.1.1 Oxyde d'aluminium,**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Alcalin ou neutre, surface spécifique de 200  $\text{m}^2/\text{g}$ , activité Super I conformément à la Référence [\[6\]](#).

#### 7.3.1.2 Oxyde d'aluminium désactivé

Désactivé avec 10 % d'eau environ.

Ajouter environ 10 g d'eau ([7.2.6](#)) à 90 g d'oxyde d'aluminium ([7.3.1.1](#)). Agiter jusqu'à ce que tous les agrégats aient disparu. Laisser reposer l'oxyde d'aluminium avant utilisation pendant 16 h environ, à l'abri de l'air. L'utiliser dans les deux semaines maximum.

NOTE L'activité dépend de la teneur en eau. Il peut être nécessaire d'ajuster la quantité d'eau.

#### 7.3.2 Purification B à l'aide de gel de silice 60 pour la chromatographie sur colonne

**7.3.2.1 Gel de silice 60,** tailles des particules de 63  $\mu\text{m}$  à 200  $\mu\text{m}$ .

**7.3.2.2 Gel de silice 60,** teneur en eau: fraction massique  $w(\text{H}_2\text{O}) = 10\%$ .

Chauffer le gel de silice 60 ([7.3.2.1](#)) pendant au moins 3 h à 450 °C, le laisser refroidir et le conserver dans un dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium ou un agent desséchant approprié. Avant

utilisation, chauffer pendant au moins 5 h à 130 °C dans une étuve de séchage. Le laisser ensuite refroidir dans un dessiccateur et ajouter 10 % d'eau (fraction massique) dans un flacon. Agiter vigoureusement à la main pendant 5 min jusqu'à disparition de tous les agrégats, puis pendant 2 h à l'aide d'un agitateur. Conserver le gel de silice désactivé en l'absence d'air. L'utiliser dans les deux semaines maximum.

### 7.3.3 Purification C par chromatographie par perméation de gel (CPG)

#### 7.3.3.1 Bio-Beads®<sup>1)</sup> S-X3

#### 7.3.3.2 Acétate d'éthyle, C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>

#### 7.3.3.3 Cyclohexane, C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>

Préparation de la CPG, par exemple:

- placer 50 g de Bio-Beads®<sup>1)</sup> S-X3 (7.3.3.1) dans une fiole Erlenmeyer de 500 ml et ajouter 300 ml de mélange d'élution composé de cyclohexane (7.3.3.3) et d'acétate d'éthyle (7.3.3.2) 1:1 (volume) pour permettre aux billes de gonfler;
- après une brève agitation jusqu'à disparition complète des agrégats, maintenir la fiole fermée pendant 24 h;
- vider la boue dans le tube de chromatographie en vue de la CPG;
- après trois jours environ, enfoncer les pistons de la colonne de manière à obtenir un niveau de remplissage d'environ 35 cm;
- afin de comprimer encore le gel, pomper environ 2 l du mélange d'élution à travers la colonne à un débit de 5 ml min<sup>-1</sup> et enfoncer les pistons pour obtenir un niveau de remplissage d'environ 33 cm.

### 7.3.4 Purification D à l'aide de Florisil®<sup>2)</sup>

#### 7.3.4.1 Florisil®<sup>2)</sup>, chauffé pendant 2 h à 600 °C. Tailles des particules de 150 µm à 750 µm.

#### 7.3.4.2 Iso-octane, C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>

#### 7.3.4.3 Toluène, C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>

#### 7.3.4.4 Iso-octane/Toluène 95/5 (fraction volumique)

#### 7.3.4.5 Éther diéthylique, C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O

## 7.4 Réactifs pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse

Gaz vecteurs pour la chromatographie en phase gazeuse ECD ou MS, d'une pureté élevée, utilisés conformément aux spécifications du fabricant.

1) Bio-Beads® est un exemple de produit adapté disponible dans le commerce. Cette information est fournie aux utilisateurs du présent document à titre purement indicatif et ne signifie en aucune manière que l'ISO approuve ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il peut être prouvé qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

2) Florisil® est une appellation commerciale d'une substance préparée à base de terre de diatomée, principalement constituée de silicate de magnésium anhydre. Cette information est fournie aux utilisateurs du présent document à titre purement indicatif et ne signifie en aucune manière que l'ISO approuve ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il peut être prouvé qu'ils conduisent aux mêmes résultats.