



Norme
internationale

ISO 13646

**Qualité de l'eau — Dosage
d'œstrogènes sélectionnés dans
des échantillons d'eau totale —
Méthode par extraction en phase
solide (SPE) suivie d'une détection
par chromatographie en phase
liquide (CL) ou en phase gazeuse
(CG) couplée à la spectrométrie de
masse (SM)**

ISO 13646:2025

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/bf4f7ac4-b261-4c6a-bb37-999a6ff84ffc/iso-13646-2025>
*Water quality — Determination of selected estrogens in whole
water samples — Method using solid phase extraction (SPE)
followed by liquid chromatography (LC) or gas chromatography
(GC) coupled to mass spectrometry (MS) detection*

**Première édition
2025-10**

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

ISO 13646:2025

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/bf4f7ac4-b261-4c6a-bb37-999a6ff84ffc/iso-13646-2025>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2025

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	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et indices	2
3.1 Termes et définitions	2
3.2 Indices	4
4 Principe	4
5 Interférences	5
5.1 Généralités	5
5.2 Interférences liées à l'échantillonnage, l'extraction et la concentration	6
5.3 Interférences lors de l'analyse par chromatographie en phase liquide haute performance et spectrométrie de masse	6
5.4 Interférences lors de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse	7
5.5 Interférences des étalons internes	8
6 Réactifs	8
7 Appareillage	14
8 Échantillonnage	16
9 Mode opératoire	17
9.1 Généralités	17
9.2 Préparation de l'échantillon et extraction	18
9.2.1 Généralités	18
9.2.2 Préparation de l'échantillon	18
9.2.3 Extraction SPE sur cartouche	19
9.2.4 Extraction SPE sur disque	20
9.3 Purification de l'échantillon	21
9.3.1 Généralités	21
9.3.2 Principe	21
9.3.3 Mode opératoire	21
9.4 Reconcentration	22
9.5 Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	22
9.5.1 Chromatographie en phase liquide haute performance (CL)	22
9.5.2 Détection	22
9.5.3 Dérivation	23
9.6 Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse	25
9.6.1 Dérivation	25
9.6.2 Chromatographie en phase gazeuse (CG)	25
9.6.3 Détection	25
10 Étalonnage	26
10.1 Généralités	26
10.2 Étalonnage par dilution isotopique	27
10.3 Contrôle de l'étalonnage	27
11 Programme d'assurance qualité et de contrôle qualité (AQ/CQ)	28
11.1 Identification des composés	28
11.2 Blancs	28
12 Limite de quantification (LQ)	28
13 Calcul du taux de récupération	29
13.1 Généralités	29

13.2	Calcul du taux de récupération des analytes à l'aide d'échantillons.....	29
13.3	Taux de récupération des étalons internes.....	30
14	Calcul de la concentration dans l'échantillon	30
15	Expression des résultats	31
16	Rapport d'essai	31
17	Données de performance	31
Annexe A (informative)	Données de performance.....	32
Annexe B (informative)	Exemples de protocoles d'extraction SPE sur cartouche	36
Annexe C (informative)	Exemples de protocoles d'extraction SPE sur disque	38
Annexe D (informative)	Exemples de protocoles de purification par SPE.....	40
Annexe E (informative)	Exemples de protocoles de CL-SM/SM	42
Annexe F (informative)	Exemples de protocoles de CL-SMHR.....	53
Annexe G (informative)	Exemples de protocoles de CG-SM/SM	57
Annexe H (informative)	Exemple de protocoles de CG-SMHR.....	62
Bibliographie.....		63

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

ISO 13646:2025

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/bf4f7ac4-b261-4c6a-bb37-999a6ff84ffc/iso-13646-2025>

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 230, *Analyse de l'eau*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

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

Les œstrogènes naturels et de synthèse sont largement utilisés dans le monde entier, par exemple à des fins de contraception. En conséquence de leur application ou d'une mauvaise élimination, ces œstrogènes peuvent entrer dans le cycle de l'eau sous forme inchangée ou modifiée. Ils peuvent donc être détectés dans les eaux de surface et les eaux souterraines, ainsi que dans les eaux usées traitées. Il est reconnu que les œstrogènes peuvent se retrouver dans les eaux de surface via les eaux usées, et du fait de leurs propriétés physicochimiques, ils peuvent se répartir dans les différents compartiments (eau et matières particulaires en suspension [MES]) des systèmes aquatiques. Ils constituent un problème de plus en plus préoccupant, en raison de leur activité œstrogénique élevée même aux niveaux ultra-trace (bien en dessous des ng/l). Outre les effets de féminisation des poissons et les autres effets de perturbation endocrinienne dans les écosystèmes aquatiques, ils peuvent aussi participer à la perte de biodiversité^[16]. Des méthodes de mesure appropriées sont donc nécessaires afin de surveiller des niveaux d'œstrogènes inférieurs à leur niveau écotoxicologique (par exemple, concentration prédite sans effet [PNEC, de l'anglais «predicted no effect concentration»] ou norme de qualité environnementale [NQE]) et ainsi de démontrer si une masse d'eau est à risque.

Le présent document spécifie des méthodes validées pour l'analyse des échantillons d'eau dans le cadre de programmes de surveillance destinés à qualifier la qualité des environnements aquatiques en ce qui concerne les œstrogènes sélectionnés.

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

ISO 13646:2025

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/bf4f7ac4-b261-4c6a-bb37-999a6ff84ffc/iso-13646-2025>

Qualité de l'eau — Dosage d'œstrogènes sélectionnés dans des échantillons d'eau totale — Méthode par extraction en phase solide (SPE) suivie d'une détection par chromatographie en phase liquide (CL) ou en phase gazeuse (CG) couplée à la spectrométrie de masse (SM)

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs du présent document maîtrisent les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document ne prétend pas aborder tous les problèmes de sécurité éventuellement associés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de mettre en place des pratiques de santé et de sécurité appropriées.

IMPORTANT — Il est absolument indispensable que les essais menés conformément au présent document le soient par du personnel dûment qualifié.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes pour le dosage de cinq œstrogènes sélectionnés dans les échantillons d'eau totale, qui sont répertoriés dans le [Tableau 1](#) (voir [l'Article 4](#)). Les méthodes reposent sur une extraction en phase solide (SPE sur disque et/ou cartouche) suivie d'une détection par chromatographie en phase liquide ou gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (spectrométrie de masse en tandem et/ou spectrométrie de masse haute résolution). Selon la préparation des échantillons choisie, la préparation de l'échantillon peut être appliquée à l'analyse des œstrogènes sélectionnés dans l'eau potable, les eaux souterraines et les eaux de surface contenant une teneur en matières en suspension (MES) jusqu'à 500 mg/l et une teneur en carbone organique dissous (COD) jusqu'à 14 mg/l (échantillons d'eau totale).

La gamme d'application basse définie en tant que limite de quantification vérifiée peut varier selon les méthodes, la sensibilité de l'équipement utilisé et la matrice de l'échantillon. La gamme s'étend de 0,006 ng/l à 1 ng/l pour le 17alpha-éthinyloestradiol (EE2) et de 0,038 ng/l à 1 ng/l pour les autres œstrogènes dans l'eau potable, les eaux souterraines et les eaux de surface. La limite supérieure du domaine d'application est de l'ordre de la dizaine de nanogrammes par litre.

Pour une application qui vise à mesurer de très faibles niveaux de concentration (entre la plus faible LQ et 0,1 ng/l), chaque étape individuelle des modes opératoires revêt une importance critique.

Les méthodes peuvent être utilisées pour doser d'autres œstrogènes ou hormones dans d'autres types d'eau, par exemple les eaux usées traitées, sous réserve que l'exactitude ait été soumise à essai et démontrée pour chaque cas et que les conditions de conservation des échantillons et des solutions de référence aient été validées.

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 8466-1:2021, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse — Partie 1: Fonction linéaire d'étalonnage*

ISO 21253-1:2019, *Qualité de l'eau — Méthodes d'analyse de composés multi-classes — Partie 1: Critères pour l'identification de composés cibles par chromatographie en phase gazeuse ou liquide et spectrométrie de masse*