



Norme  
internationale

**ISO 13914**

**Sols, biodéchets traités et boues —  
Dosage des dioxines, des furanes  
et des polychlorobiphényles de  
type dioxine par chromatographie  
en phase gazeuse avec détection  
sélective de masse (spectrométrie  
de masse à haute résolution ou  
SMHR, et spectrométrie de masse en  
tandem ou SM/SM)**

*Soil, treated biowaste and sludge — Determination of dioxins  
and furans and dioxin-like polychlorinated biphenyls by gas  
chromatography with mass selective detection (high resolution  
mass spectrometry, HRMS, and tandem mass spectrometry, MS/  
MS)*

**Troisième édition  
2026-03**

# Sample Document

get full document from [standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai)



## DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2026

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 Domaine d'application</b>                                                            | <b>1</b>  |
| <b>2 Références normatives</b>                                                            | <b>2</b>  |
| <b>3 Termes et définitions</b>                                                            | <b>2</b>  |
| <b>4 Abréviations</b>                                                                     | <b>3</b>  |
| <b>5 Principe</b>                                                                         | <b>3</b>  |
| <b>6 Réactifs</b>                                                                         | <b>4</b>  |
| 6.1 Produits chimiques                                                                    | 4         |
| 6.2 Étalons                                                                               | 4         |
| <b>7 Appareillage</b>                                                                     | <b>4</b>  |
| 7.1 Généralités                                                                           | 4         |
| 7.2 Matériel pour la préparation des échantillons                                         | 4         |
| 7.3 Extracteur Soxhlet                                                                    | 5         |
| 7.4 Matériel de purification                                                              | 5         |
| 7.5 Matériel de concentration                                                             | 5         |
| 7.6 Autres équipements                                                                    | 6         |
| <b>8 Conservation et prétraitement des échantillons</b>                                   | <b>6</b>  |
| 8.1 Conservation des échantillons                                                         | 6         |
| 8.2 Prétraitement des échantillons                                                        | 6         |
| <b>9 Extraction et purification</b>                                                       | <b>6</b>  |
| 9.1 Généralités                                                                           | 6         |
| 9.2 Extraction                                                                            | 7         |
| 9.3 Purification                                                                          | 8         |
| 9.3.1 Généralités                                                                         | 8         |
| 9.3.2 Chromatographie par perméation de gel                                               | 8         |
| 9.3.3 Colonne multicouche                                                                 | 8         |
| 9.3.4 Traitement à l'acide sulfurique                                                     | 8         |
| 9.3.5 Colonne de charbon actif                                                            | 9         |
| 9.3.6 Colonne d'oxyde d'aluminium                                                         | 9         |
| 9.3.7 Élimination du soufre                                                               | 9         |
| 9.4 Concentration finale de l'extrait d'échantillon purifié                               | 9         |
| 9.5 Ajout des étalons internes de rendement                                               | 10        |
| <b>10 Analyse par CG/SM (SMHR ou SM/SM)</b>                                               | <b>10</b> |
| 10.1 Généralités                                                                          | 10        |
| 10.2 Analyse par chromatographie en phase gazeuse                                         | 10        |
| 10.3 Détection par spectrométrie de masse                                                 | 10        |
| 10.3.1 Généralités                                                                        | 10        |
| 10.3.2 Spectrométrie de masse haute résolution (SMHR)                                     | 10        |
| 10.3.3 Spectrométrie de masse en tandem (SM/SM)                                           | 12        |
| 10.4 Exigences minimales relatives à l'identification des PCDD/PCDF et des PCB            | 13        |
| 10.5 Exigences minimales relatives à la quantification des PCDD/PCDF et des PCB           | 14        |
| 10.6 Étalonnage du système CG/SM (SMHR ou SM/SM)                                          | 15        |
| 10.6.1 Généralités                                                                        | 15        |
| 10.6.2 Étalonnage des analytes                                                            | 15        |
| 10.6.3 Étalonnage pour la somme de groupes homologues                                     | 15        |
| 10.7 Quantification des résultats d'analyse par CG/SM (SMHR ou SM/SM)                     | 16        |
| 10.7.1 Quantification des concentrations des analytes                                     | 16        |
| 10.7.2 Détermination des taux de récupération des étalons marqués au $^{13}\text{C}_{12}$ | 17        |
| 10.7.3 Quantification de la somme de groupes homologues                                   | 17        |
| 10.7.4 Calcul de l'équivalent toxique                                                     | 17        |

|                        |                                                                  |    |
|------------------------|------------------------------------------------------------------|----|
| 10.7.5                 | Calcul des limites de détection et de quantification.....        | 18 |
| 11                     | <b>Expression des résultats</b> .....                            | 18 |
| 12                     | <b>Fidélité</b> .....                                            | 18 |
| 13                     | <b>Rapport d'essai</b> .....                                     | 19 |
| Annexe A (informative) | <b>Facteur d'équivalence toxique (TEF)</b> .....                 | 20 |
| Annexe B (informative) | <b>Exemple de méthodes d'extraction et de purification</b> ..... | 22 |
| Annexe C (informative) | <b>Exemples de dosages par CG/SMHR</b> .....                     | 29 |
| Annexe D (informative) | <b>Données de répétabilité et de reproductibilité</b> .....      | 33 |
| Bibliographie          | .....                                                            | 40 |

Sample Document

get full document from [standards.iteh.ai](https://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'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](http://www.iso.org/brevets). L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevet et averti de leur existence.

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

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 13914:2023), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- ajout de la spectrométrie de masse en tandem (SM/SM) comme mode d'analyse par chromatographie en phase gazeuse pouvant remplacer la spectrométrie de masse haute résolution (SMHR);
- ajout de résultats de validation pour la SM/SM.

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

Il existe deux groupes d'éthers aromatiques chlorés apparentés, connus sous les noms de polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD) et polychlorodibenzofuranes (PCDF). Ces groupes comprennent un total de 210 substances individuelles (congénères): 75 PCDD et 135 PCDF dont 17 sont substitués par le chlore en position 2,3,7,8.

Il existe un groupe de composés aromatiques chlorés similaires aux polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD) et aux polychlorodibenzofuranes (PCDF), connu sous le nom de polychlorobiphényles (PCB); ce groupe comprend 209 substances individuelles.

Les PCDD et les PCDF peuvent se former lors de la combustion de matériaux organiques; ils peuvent être également générés en tant que sous-produits indésirables lors de la fabrication ou du traitement ultérieur de produits chimiques organiques chlorés. Les PCDD/PCDF sont introduits dans l'environnement principalement par ces voies d'émission et par l'utilisation de matériaux contaminés. En fait, ils sont universellement présents à de très faibles concentrations. Les congénères chlorosubstitués en position 2,3,7,8 sont importants d'un point de vue toxicologique. Les 74 dibenzo-p-dioxines/dibenzofuranes monochlorés à trichlorés sont beaucoup moins significatifs du point de vue toxicologique que les dibenzo-p-dioxines/dibenzofuranes tétrachlorés à octachlorés.

Les PCB ont été produits pendant une cinquantaine d'années, jusqu'à la fin des années 1990, période durant laquelle ils ont été utilisés à diverses fins dans des systèmes ouverts ou fermés, par exemple, comme isolants électriques ou fluides diélectriques dans les condensateurs et les transformateurs, comme fluides hydrauliques spéciaux, ou encore comme agents plastifiants pour matériaux d'étanchéité. La production mondiale de PCB a dépassé le million de tonnes.

Les PCDD/PCDF et les PCB sont émis lors de processus thermiques, par exemple l'incinération des déchets. En 1997, un groupe d'experts de l'Organisation mondiale de la santé (OMS) a établi des facteurs d'équivalence toxique (TEF, pour toxicity equivalent factors") pour les PCDD et douze PCB connus sous le nom de PCB de type dioxine (PCB-DL, voir l'[Annexe A](#)). Ces douze PCB de type dioxine comptent quatre PCB non-ortho et huit PCB mono-ortho (aucun ou un seul atome de chlore aux positions 2, 2', 6 et 6') de structure planaire ou principalement planaire. La contribution des PCB de type dioxine au TEQ-OMS total peut être très élevée.

Il convient que la méthode décrite dans le présent document ne soit appliquée que par des opérateurs compétents ayant suivi une formation adéquate sur la manipulation des composés hautement toxiques.

# Sols, biodéchets traités et boues — Dosage des dioxines, des furanes et des polychlorobiphényles de type dioxine par chromatographie en phase gazeuse avec détection sélective de masse (spectrométrie de masse à haute résolution ou SMHR, et spectrométrie de masse en tandem ou SM/SM)

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

**IMPORTANT** — Les essais réalisés conformément au présent document doivent être exécutés par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage quantitatif de 17 polychlorodibenzo-p-dioxines et polychlorodibenzofuranes substitués par des atomes de chlore en 2,3,7,8 ainsi que de polychlorobiphényles de type dioxine dans les boues, les biodéchets traités et les sols à l'aide de méthodes de purification chromatographique sur colonne en phase liquide et d'analyse par chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse à haute résolution (CG/SMHR). La détection par spectrométrie de masse en tandem (SM/SM) peut être utilisée de manière équivalente.

Les analytes qui peuvent être dosés avec la méthode spécifiée dans le présent document sont répertoriés dans le [Tableau 1](#).

**Tableau 1 — Analytes et leurs abréviations**

| Substance                                                                                | Abréviation |
|------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| Tétrachlorodibenzo-p-dioxine                                                             | TCDD        |
| Pentachlorodibenzo-p-dioxine                                                             | PeCDD       |
| Hexachlorodibenzo-p-dioxine                                                              | HxCDD       |
| Heptachlorodibenzo-p-dioxine                                                             | HpCDD       |
| Octachlorodibenzo-p-dioxine                                                              | OCDD        |
| Tétrachlorodibenzofurane                                                                 | TCDF        |
| Pentachlorodibenzofurane                                                                 | PeCDF       |
| Hexachlorodibenzofurane                                                                  | HxCDF       |
| Heptachlorodibenzofurane                                                                 | HpCDF       |
| Octachlorodibenzofurane                                                                  | OCDF        |
| Polychlorobiphényle                                                                      | PCB         |
| Trichlorobiphényle <sup>a</sup>                                                          | TCB         |
| Tétrachlorobiphényle                                                                     | TeCB        |
| Pentachlorobiphényle                                                                     | PeCB        |
| <sup>a</sup> Groupes ne contenant aucun PCB-DL, donnés uniquement à titre d'information. |             |

Tableau 1 (suite)

| Substance                                                                                | Abréviation |
|------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| Hexachlorobiphényle                                                                      | HxCB        |
| Heptachlorobiphényle                                                                     | HpCB        |
| Décachlorobiphényle <sup>a</sup>                                                         | DecaCB      |
| <sup>a</sup> Groupes ne contenant aucun PCB-DL, donnés uniquement à titre d'information. |             |

La limite de détection dépend du type d'échantillon, du congénère, de l'équipement utilisé et de la qualité des produits chimiques utilisés pour l'extraction et la purification. Dans les conditions spécifiées dans le présent document, des limites de détection supérieures à 1 ng/kg (exprimées en matière sèche) peuvent être atteintes.

Cette méthode est "fondée sur les performances". Elle peut être modifiée si tous les critères de performance donnés dans la méthode sont respectés.

Le présent document est applicable pour plusieurs types de matrices et validé pour les boues de stations d'épuration des eaux usées urbaines (voir également l'[Annexe D](#) pour les résultats de la validation).

NOTE En principe, cette méthode peut être également appliquée pour les sédiments, les déchets minéraux et les végétaux. Il appartient à l'utilisateur du présent document de valider l'application pour ces matrices. Pour les mesures dans les matrices complexes telles que les cendres volantes adsorbées sur des végétaux, une amélioration de la purification peut être nécessaire. Cela peut également s'appliquer aux sédiments et aux déchets minéraux.

## 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 11465, *Boues et matrices environnementales solides — Détermination de la teneur en résidu sec ou en eau et calcul de la fraction massique de matière sèche*

## 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 étalon interne

homologue d'un analyte marqué au  $^{13}\text{C}_{12}$ , qui est ajouté aux échantillons avant l'extraction et par rapport auquel les concentrations des analytes natifs sont calculées

[SOURCE: ISO 18073:2004, 3.1.5, modifié — "PCDD/PCDF substitués en positions 2,3,7,8" et "PCDD et PCDF" ont été remplacés par "analytes".]



## 3.2

**étalon interne de rendement**

polychlorobiphényle de type dioxine (PCB-DL) et dibenzo-p-dioxine/dibenzofurane polychloré (PCDD/PCDF) marqué au  $^{13}\text{C}_{12}$ , ajouté avant l'injection dans le chromatographe

[SOURCE: ISO 18073:2004, 3.1.12, modifié — "PCDD/PCDF chlorosubstitué en positions 2,3,7,8" a été remplacé par "polychlorobiphényle de type dioxine (PCB-DL) et dibenzo-p-dioxine/dibenzofurane polychloré (PCDD/PCDF)".]

## 4 Abréviations

|                     |                                                                                                                                       |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| PCB-DL              | polychlorobiphényle de type dioxine                                                                                                   |
| MRM                 | surveillance des réactions multiples                                                                                                  |
| PCDD/PCDF ou PCDD/F | polychlorodibenzo-p-dioxines/dibenzofuranes                                                                                           |
| I-TEQ               | équivalent toxique international                                                                                                      |
| TEF-OMS             | facteur d'équivalence toxique proposé par l'OMS en 2005                                                                               |
| TEQ-OMS             | équivalent toxique obtenu en multipliant la masse déterminée par le TEF-OMS correspondant comprenant les PCDD, les PCDF et les PCB-DL |

NOTE 1 L'I-TEQ est obtenu en multipliant la masse déterminée par l'I-TEF correspondant comprenant les PCDD et les PCDF (pour une description détaillée, voir l'[Annexe A](#)). Il convient de l'utiliser uniquement à des fins de comparaison avec des données plus anciennes.

NOTE 2 Pour une description détaillée du TEF-OMS, voir l' [Annexe A](#).

Pour une description détaillée du TEQ-OMS, voir l' [Annexe A](#). Il convient d'utiliser les termes TEQPCB-OMS et TEQPCDD/PCDF-OMS pour faire la distinction entre diverses classes de composés.

## 5 Principe

Le présent document repose sur l'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse combinée à la technique par dilution isotopique pour permettre la séparation, la détection et la quantification de PCDD/PCDF et de PCB de type dioxine dans les boues, les biodéchets et les sols. Pour la mise en œuvre de la méthode par dilution isotopique, au moins 16 des 17 étalons internes de PCDD/PCDF marqués et 12 étalons internes de PCB marqués sont utilisés. Les extraits destinés aux analyses par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM) contiennent au moins un étalon interne de rendement par groupe, c'est-à-dire au moins un  $^{13}\text{C}_{12}$ -PCDD/PCDF et un  $^{13}\text{C}_{12}$ -PCB. L'utilisation d'un plus grand nombre d'étalons internes de rendement est recommandée. Les paramètres de chromatographie en phase gazeuse fournissent des informations permettant l'identification de congénères (position des atomes de chlore de substitution), tandis que les paramètres de spectrométrie de masse permettent la différenciation entre des isomères ayant des nombres différents d'atomes de chlore de substitution et entre des polychlorodibenzo-p-dioxines, des furanes et des PCB.

Les congénères de PCDD/PCDF et de PCB marqués au  $^{13}\text{C}_{12}$  sont ajoutés à l'échantillon avant l'extraction et l'analyse par CG-SM (SMHR ou SM/SM). Les pertes subies au cours de l'extraction et de la purification sont détectées et compensées en utilisant ces congénères ajoutés comme étalons internes pour la quantification conjointement avec les étalons internes de rendement qui sont ajoutés juste avant l'analyse. En ce qui concerne le dosage de ces substances, il est nécessaire de séparer les PCB des PCDD/PCDF et inversement.

L'objectif principal du mode opératoire de purification de l'extrait d'échantillon brut est d'éliminer les composants de la matrice d'échantillon susceptibles de surcharger la méthode de séparation, de perturber la quantification ou d'avoir une incidence sérieuse sur la performance de la méthode d'identification et de quantification ainsi que sur la séparation des PCDD/PCDF et des PCB de type dioxine. De plus, ce mode opératoire assure la concentration des analytes dans l'extrait d'échantillon final. Les modes opératoires

d'extraction s'appuient généralement sur la méthode d'extraction Soxhlet ou sur des méthodes équivalentes d'extraction d'échantillons séchés, de préférence lyophilisés. Généralement la purification de l'échantillon est effectuée à l'aide de techniques chromatographiques en phase liquide à plusieurs colonnes utilisant différents adsorbants. Le dosage des PCDD/PCDF et des PCB est basé sur la quantification par la méthode par dilution isotopique en utilisant l'analyse par CG-SM (SMHR ou SM/SM).

## 6 Réactifs

### 6.1 Produits chimiques

Les solvants utilisés pour l'extraction et la purification doivent être de qualité "pour analyse de résidus" ou équivalente; ils doivent être contrôlés par des blancs. Les adsorbants tels que l'oxyde d'aluminium, le gel de silice, la terre de diatomées et autres adsorbants utilisés pour la purification doivent être au minimum de qualité analytique et être préalablement purifiés et activés si nécessaire.

NOTE Voir l'[Annexe B](#) pour une liste spécifique de solvants et de produits chimiques.

### 6.2 Étalons

- Solution de dopage au  $^{13}\text{C}_{12}$  pour les PCDD/PCDF (étalon interne);
- solution de dopage au  $^{13}\text{C}_{12}$  pour les PCB (étalon interne);
- solutions d'étalonnage pour les PCDD/PCDF;
- solutions d'étalonnage pour les PCB;
- solution de dopage au  $^{13}\text{C}_{12}$  comme étalon interne de rendement pour les PCDD/PCDF (remarque: les congénères types marqués au  $^{13}\text{C}_{12}$  utilisés comme étalons internes de rendement sont le  $^{13}\text{C}_{12}$ -123789-Hexa-CDD, le  $^{13}\text{C}_{12}$ -1234-Tétra-CDD, le  $^{13}\text{C}_{12}$ -1234-Tétra-CDD ou -DF);
- solution de dopage au  $^{13}\text{C}_{12}$  comme étalon interne de rendement pour les PCB-DL.

NOTE Voir l'[Annexe B](#) pour des exemples de concentrations de solutions étalons.

## 7 Appareillage

### 7.1 Généralités

L'appareillage et le matériel énumérés ci-dessous sont censés satisfaire aux exigences minimales pour un traitement "classique" d'échantillons par extraction Soxhlet et purification chromatographique sur colonne. Des appareils et du matériel supplémentaires peuvent être nécessaires en raison des diverses méthodes d'extraction et de purification d'échantillons.

### 7.2 Matériel pour la préparation des échantillons

**7.2.1 Sorbonne de laboratoire**, de taille suffisante pour contenir le matériel de préparation des échantillons décrit ci-dessous.

**7.2.2 Dessiccateur.**

**7.2.3 Balances**, comprenant une balance analytique permettant de peser à 0,1 mg près et une balance à plateau supérieur permettant de peser à 10 mg près.

**7.2.4 Colonne de Snyder.**

### 7.3 Extracteur Soxhlet

D'autres dispositifs automatisés de type Soxhlet peuvent également être utilisés, le cas échéant. Il appartient à l'utilisateur du présent document de valider l'application pour ces autres dispositifs.

**7.3.1 Soxhlet**, d'un diamètre interne de 50 mm, d'une capacité de 150 ml ou 250 ml avec un ballon à fond rond de 500 ml.

**7.3.2 Cartouche**, 43 mm × 123 mm, adaptée au Soxhlet.

**7.3.3 Chauffe-ballon hémisphérique**, adapté au ballon à fond rond de 500 ml.

### 7.4 Matériel de purification

**7.4.1 Pipettes jetables**, soit des pipettes Pasteur jetables, soit des pipettes sérologiques jetables.

**7.4.2 Colonnes en verre pour chromatographie** ayant les dimensions suivantes:

- 150 mm de longueur × 8 mm de diamètre interne, avec un fritté en verre ou un tampon de laine de verre, un réservoir de 250 ml et un robinet d'arrêt en verre ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE);
- 200 mm de longueur × 15 mm de diamètre interne, avec un fritté en verre ou un tampon de laine de verre, un réservoir de 250 ml et un robinet d'arrêt en verre ou en PTFE;
- 300 mm de longueur × 25 mm de diamètre interne, avec un fritté en verre ou un tampon de laine de verre, un réservoir de 300 ml et un robinet d'arrêt en verre ou en PTFE.

**7.4.3 Four**, permettant de maintenir une température constante ( $\pm 5$  °C) dans la plage de 105 °C à 450 °C pour l'étuvage et la conservation des adsorbants.

### 7.5 Matériel de concentration

D'autres dispositifs d'évaporation peuvent également être utilisés, le cas échéant. Il appartient à l'utilisateur du présent document de valider l'application pour ces autres dispositifs.

**7.5.1 Évaporateur rotatif**, avec bain-marie à température variable et les éléments suivants:

- source de vide pour l'évaporateur rotatif, munie d'un robinet d'arrêt au niveau de l'évaporateur et d'un manomètre à dépression;
- pompe et refroidisseur d'eau à recirculation, fournissant de l'eau de refroidissement à  $(9 \pm 4)$  °C (l'utilisation d'eau du robinet pour refroidir l'évaporateur nécessite d'en consommer de grandes quantités et peut entraîner une irrégularité des performances due aux variations de température et de pression de l'eau);
- ballons à fond rond, d'une capacité de 100 ml et de 500 ml ou plus, avec raccord en verre rodé compatible avec l'évaporateur rotatif.

**7.5.2 Dispositif de balayage à l'azote**, avec un bain-marie contrôlé dans la plage de 30 °C à 60 °C ou un flux chauffé d'azote ou d'un autre gaz inerte approprié, installé dans une sorbonne.

**7.5.3 Concentrateur de type Kuderna-Danish<sup>1)</sup>**.

1) Kuderna Danish est un exemple de produit adapté disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné.

**7.5.4 Flacons à échantillons**, répondant aux critères suivants:

- en verre ambré, capacité nominale de 2 ml à 5 ml, avec bouchon à vis revêtu de PTFE;
- en verre, capacité de 0,3 ml, coniques, avec bouchon à vis revêtu de PTFE ou bouchon serti.

**7.6 Autres équipements**

**7.6.1 Chromatographe en phase gazeuse**, équipé d'un injecteur "splitless" (sans division de flux) ou "on column" (dans la colonne) ou à programmation de températures, pour utilisation avec des colonnes capillaires, et avec programmation de la température du four permettant le maintien d'une température constante.

**7.6.2 Colonne CG** pour PCDD/PCDF et pour la spécificité isomérique du 2,3,7,8-TCDD (par exemple, 60 m de longueur × 0,32 mm de diamètre interne; épaisseur de film de 0,25 µm; colonne capillaire en silice fondue à phase liée composée de 5 % de phényle, 94 % de méthyle, 1 % de vinyle silicone).

**7.6.3 Spectromètre de masse**, avec ionisation par impact électronique de 28 eV à 80 eV, permettant un balayage sélectif et répétitif d'au moins douze masses exactes pendant une période d'environ 1 s à haute résolution ( $\geq 10\,000$  à 10 % du ratio pic-vallée ou équivalent), ou ionisation par impact électronique de 70 eV après analyse avec un système SM/SM triple quadripôle sur la surveillance spécifique de réactions multiples (MRM) (voir le [Tableau 5](#)).

**7.6.4 Système de traitement de données**, permettant de collecter, d'enregistrer et de mémoriser des données relatives à la spectrométrie de masse.

**8 Conservation et prétraitement des échantillons****8.1 Conservation des échantillons**

Il convient de conserver les échantillons dans des récipients adaptés munis d'un dispositif de fermeture en matériau approprié, tel que le polytétrafluoroéthylène (PTFE). Les échantillons destinés à être congelés peuvent être conservés dans des récipients en aluminium nettoyés au préalable par chauffage à 450 °C pendant au moins 4 h ou par rinçage à l'aide d'un solvant non chloré.

Il convient de conserver les échantillons au froid et à l'abri de la lumière si nécessaire afin d'éviter toute modification de la constitution de l'échantillon, par exemple en ce qui concerne la détermination de la teneur en eau.

**8.2 Prétraitement des échantillons**

Sauf spécification contraire, il convient que le séchage et l'homogénéisation soient effectués conformément à l'EN 16179. Conserver le matériau broyé dans un dessiccateur ou un récipient en verre muni d'un dispositif de fermeture étanche.

La détermination de la teneur en eau doit être effectuée conformément à l'ISO 11465 ou à toute méthode équivalente normalisée à l'échelle internationale.

**9 Extraction et purification****9.1 Généralités**

Le présent document décrit les exigences minimales à respecter pour l'extraction et la purification et fournit des exemples d'utilisation. L'opérateur chargé de l'analyse peut utiliser l'un des modes opératoires décrits ci-dessous et à l'[Annexe B](#) ou tout autre mode opératoire approprié.