
**Qualité de l'eau — Détermination de
composés organiques volatils dans
l'eau — Méthode utilisant une micro-
extraction sur phase solide (MEPS)
de l'espace de tête suivie d'une
chromatographie en phase gazeuse-
spectrométrie de masse (CG-SM)**

*Water quality — Determination of volatile organic compounds in
water — Method using headspace solid-phase micro-extraction (HS-
SPME) followed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)*

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	3
3 Principe	4
4 Interférences	4
4.1 Échantillonnage.....	4
4.2 Extraction.....	4
4.3 Chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse.....	5
5 Réactifs	5
6 Appareillage	7
7 Échantillonnage et prétraitement des échantillons	8
8 Mode opératoire	8
8.1 Préparation des échantillons et extraction.....	8
8.2 Chromatographie en phase gazeuse.....	9
8.3 Identification des composés individuels par spectrométrie de masse (CG-SM).....	10
8.4 Mesurage des valeurs de blanc.....	12
9 Étalonnage	12
9.1 Généralités.....	12
9.2 Étalonnage de l'ensemble du mode opératoire à l'aide de l'étalon interne.....	13
10 Calcul des résultats	14
11 Expression des résultats	14
12 Rapport d'essai	15
Annexe A (informative) Exemples de fibres MEPS adaptées	16
Annexe B (informative) Exemples de colonnes de CG	17
Annexe C (informative) Exemples d'étalons internes	18
Annexe D (informative) Conditions appropriées pour la chromatographie en phase gazeuse et exemples de chromatogrammes pour les composés du Tableau 1	20
Annexe E (informative) Informations générales sur la MEPS	34
Annexe F (informative) Données de performance	35
Bibliographie	44

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 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).

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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Introduction

Les composés organiques volatils (COV) sont souvent utilisés dans les processus de fabrication de peintures, d'adhésifs, de produits pétroliers, de médicaments et de fluides caloporteurs. Certains sont employés en tant qu'additifs pour carburants, solvants, fluides hydrauliques ou agents de nettoyage à sec. Ce groupe de composés appartient au groupe des produits chimiques anthropiques. La contamination des ressources en eau par les COV est une préoccupation en matière de santé publique puisque de nombreux COV sont toxiques et sont reconnus comme cancérigènes pour l'homme ou suspectés de l'être.

Pour la détermination des COV, plusieurs modes opératoires publiés sont disponibles (voir Références [4], [5], [6], [7], [9], [12], [13] et [14]).

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Qualité de l'eau — Détermination de composés organiques volatils dans l'eau — Méthode utilisant une micro-extraction sur phase solide (MEPS) de l'espace de tête suivie d'une chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais effectués conformément à la présente Norme internationale soient réalisés par du personnel ayant reçu une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination des composés organiques volatils (voir [Tableau 1](#)). Cela comprend, par exemple, la détermination des hydrocarbures halogénés, des trihalométhanes, des composants des carburants (tels que les BTEX, le MTBE et l'ETBE), du naphthalène, du 2-éthyl-4-méthyl-1,3-dioxolane et de substances fortement odorantes comme la géosmine et le 2-méthylisobornéol, dans l'eau potable, les eaux souterraines, les eaux de surface et les eaux usées traitées, par micro-extraction sur phase solide (MEPS) de l'espace de tête suivie d'une chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse (CG-SM). La limite de la détermination dépend de la matrice, du composé à analyser et de la sensibilité du spectromètre de masse. Pour la plupart des composés auxquels la présente Norme internationale s'applique, elle est d'au moins 0,01 µg/l. Les données de validation relatives à une plage de concentration située entre 0,02 µg/l et 2,6 µg/l ont été démontrées dans un essai interlaboratoires. Des données de validation supplémentaires tirées de travaux de normalisation montrent une applicabilité de la méthode pour une plage de concentration allant de 0,01 µg/l à 100 µg/l des substances individuelles. Toutes les déterminations sont réalisées sur de petites quantités d'échantillon (par exemple, des volumes d'échantillon de 10 ml).

Cette méthode peut être applicable à d'autres composés non explicitement couverts par la présente Norme internationale ou à d'autres types d'eau. Il est néanmoins nécessaire de démontrer son applicabilité dans chaque cas.

Tableau 1 — Composés organiques volatils pouvant être déterminés par la présente méthode

Nom	Formule moléculaire	Numéro CAS ^d	Masse molaire g/mol	Masse volumique kg/l
<i>tert</i> -amyl méthyl éther (TAME)	C ₆ H ₁₄ O	994-05-8	102,17	0,76
benzène	C ₆ H ₆	71-43-2	78,12	0,88
bromobenzène	C ₆ H ₅ Br	108-86-1	157,01	1,50
bromochlorométhane	CH ₂ BrCl	74-97-5	129,38	1,99
^a Les signaux de ces substances peuvent se chevaucher sur les chromatogrammes puisqu'ils peuvent co-éluer. ^b Masse volumique du liquide au point d'ébullition (-13,4 °C). ^c Se référer aux Tableaux F.1 et F.2 pour les données de validation et des informations supplémentaires. ^d CAS: Chemical Abstracts Service.				

Tableau 1 (suite)

Nom	Formule moléculaire	Numéro CAS ^d	Masse molaire g/mol	Masse volumique kg/l
bromodichlorométhane	CHBrCl ₂	75-27-4	163,83	1,98
<i>n</i> -butylbenzène	C ₁₀ H ₁₄	104-51-8	134,22	0,86
<i>sec</i> -butylbenzène	C ₁₀ H ₁₄	135-98-8	134,22	0,86
<i>tert</i> -butylbenzène	C ₁₀ H ₁₄	98-06-6	134,22	0,87
chlorobenzène	C ₆ H ₅ Cl	108-90-7	112,56	1,11
2-chlorotoluène	C ₇ H ₇ Cl	95-49-8	126,59	1,08
4-chlorotoluène	C ₇ H ₇ Cl	106-43-4	126,59	1,07
dibromochlorométhane	CHBr ₂ Cl	124-48-1	208,34	2,45
1,2-dibromo-3-chloropropane (DBCP)	C ₃ H ₅ Br ₂ Cl	96-12-8	236,33	2,03
1,2-dibromoéthane	C ₂ H ₄ Br ₂	106-93-4	187,86	2,18
dibromométhane	CH ₂ Br ₂	74-95-3	173,83	2,48
1,2-dichlorobenzène	C ₆ H ₄ Cl ₂	95-50-1	147,00	1,30
1,3-dichlorobenzène	C ₆ H ₄ Cl ₂	541-73-1	147,00	1,29
1,4-dichlorobenzène	C ₆ H ₄ Cl ₂	106-46-7	147,00	1,25
1,1-dichloroéthane	C ₂ H ₄ Cl ₂	75-34-3	98,96	1,20
1,2-dichloroéthane	C ₂ H ₄ Cl ₂	107-06-2	98,96	1,25
1,1-dichloroéthylène	C ₂ H ₂ Cl ₂	75-35-4	96,95	1,21
<i>cis</i> -1,2-dichloroéthylène	C ₂ H ₂ Cl ₂	156-59-2	96,94	1,28
<i>trans</i> -1,2-dichloroéthylène	C ₂ H ₂ Cl ₂	156-60-5	96,94	1,26
dichlorométhane	CH ₂ Cl ₂	75-09-2	84,93	1,33
1,2-dichloropropane	C ₃ H ₆ Cl ₂	78-87-5	112,99	1,16
1,3-dichloropropane	C ₃ H ₆ Cl ₂	142-28-9	112,99	1,19
2,2-dichloropropane ^c	C ₃ H ₆ Cl ₂	594-20-7	112,99	1,08
1,1-dichloropropène	C ₃ H ₄ Cl ₂	563-58-6	110,97	1,19
<i>cis</i> -1,3-dichloropropène ^c	C ₃ H ₄ Cl ₂	10061-01-5	110,97	1,23
<i>trans</i> -1,3-dichloropropène ^c	C ₃ H ₄ Cl ₂	10061-02-6	110,97	1,21
éthylbenzène	C ₈ H ₁₀	100-41-4	106,17	0,86
éthyl <i>tert</i> -butyl éther (ETBE)	C ₆ H ₁₄ O	637-92-3	102,17	0,73
2-éthyl-4-méthyl-1,3-dioxolane	C ₆ H ₁₂ O ₂	4359-46-0	116,16	0,90
2-éthyl-5,5-diméthyl-1,3-dioxane	C ₈ H ₁₆ O ₂	768-58-1	144,21	0,88
géosmine	C ₁₂ H ₂₂ O	16423-19-1	182,30	0,99
hexachlorobutadiène	C ₄ Cl ₆	87-68-3	260,76	1,67
isopropylbenzène (cumène)	C ₉ H ₁₂	98-82-8	120,19	0,86
4-isopropyltoluène (<i>p</i> -cymène)	C ₁₀ H ₁₄	99-87-6	134,21	0,86
2-méthylisobornéol	C ₁₁ H ₂₀ O	2371-42-8	168,28	0,97
méthyl <i>tert</i> -butyl éther (MTBE)	C ₅ H ₁₂ O	1634-04-4	88,15	0,74
naphtalène	C ₁₀ H ₈	91-20-3	128,17	1,14
<i>n</i> -propylbenzène	C ₉ H ₁₂	103-65-1	120,19	0,86
^a Les signaux de ces substances peuvent se chevaucher sur les chromatogrammes puisqu'ils peuvent co-éluer.				
^b Masse volumique du liquide au point d'ébullition (-13,4 °C).				
^c Se référer aux Tableaux F.1 et F.2 pour les données de validation et des informations supplémentaires.				
^d CAS: Chemical Abstracts Service.				

Tableau 1 (suite)

Nom	Formule moléculaire	Numéro CAS ^d	Masse molaire g/mol	Masse volumique kg/l
styrène	C ₈ H ₈	100-42-5	104,15	0,91
1,1,1,2-tétrachloroéthane	C ₂ H ₂ Cl ₄	630-20-6	167,85	1,55
1,1,2,2-tétrachloroéthane	C ₂ H ₂ Cl ₄	79-34-5	167,85	1,59
tétrachloroéthylène	C ₂ Cl ₄	127-18-4	165,83	1,62
tétrachlorométhane	CCl ₄	56-23-5	153,82	1,59
toluène	C ₇ H ₈	108-88-3	92,14	0,87
tribromométhane (bromoforme)	CHBr ₃	75-25-2	252,75	2,89
1,2,3-trichlorobenzène	C ₆ H ₃ Cl ₃	87-61-6	181,45	1,68
1,2,4-trichlorobenzène	C ₆ H ₃ Cl ₃	120-82-1	181,45	1,45
1,3,5-trichlorobenzène	C ₆ H ₃ Cl ₃	108-70-3	181,45	1,87
1,1,1-trichloroéthane	C ₂ H ₃ Cl ₃	71-55-6	133,40	1,34
1,1,2-trichloroéthane	C ₂ H ₃ Cl ₃	79-00-5	133,40	1,44
trichloroéthylène	C ₂ HCl ₃	79-01-6	131,39	1,46
trichlorométhane (chloroforme)	CHCl ₃	67-66-3	119,38	1,47
1,2,3-trichloropropane	C ₃ H ₅ Cl ₃	96-18-4	147,43	1,38
1,2,4-triméthylbenzène (pseudocumène)	C ₉ H ₁₂	95-63-6	120,19	0,88
1,3,5-triméthylbenzène (mésitylène)	C ₉ H ₁₂	108-67-8	120,19	0,86
chlorure de vinyle	C ₂ H ₃ Cl	75-01-4	62,5	1,88 ^b
<i>m</i> -xylène ^a	C ₈ H ₁₀	108-38-3	106,17	0,86
<i>o</i> -xylène	C ₈ H ₁₀	95-47-6	106,17	0,88
<i>p</i> -xylène ^a	C ₈ H ₁₀	106-42-3	106,17	0,86
^a Les signaux de ces substances peuvent se chevaucher sur les chromatogrammes puisqu'ils peuvent co-éluer.				
^b Masse volumique du liquide au point d'ébullition (-13,4 °C).				
^c Se référer aux Tableaux F.1 et F.2 pour les données de validation et des informations supplémentaires.				
^d CAS: Chemical Abstracts Service.				

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage*.

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*.

ISO 5667-5, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 5: Lignes directrices pour l'échantillonnage de l'eau potable des usines de traitement et du réseau de distribution*.

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*.

3 Principe

Les analytes à déterminer sont extraits de l'espace de tête au-dessus de l'échantillon d'eau par micro-extraction sur phase solide (MEPS) selon leur équilibre de distribution. La surface des fibres d'extraction utilisées est recouverte avec des adsorbants adaptés. Après l'extraction, la fibre MEPS est retirée du flacon à échantillons (flacon à espace de tête) et introduite dans l'injecteur d'un appareil de chromatographie en phase gazeuse. Les analytes sont transférés vers la colonne capillaire par désorption thermique. Les substances sont séparées et détectées par CG-SM.

4 Interférences

4.1 Échantillonnage

Afin d'éviter les interférences, collecter les échantillons comme spécifié à l'[Article 7](#) en respectant les instructions spécifiées dans l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-3 et l'ISO 5667-5.

4.2 Extraction

Les fibres MEPS disponibles dans le commerce diffèrent souvent en termes de qualité. Il peut également exister des variations dans la sélectivité des matériaux des lots individuels, pouvant ainsi causer des écarts significatifs dans le rendement d'extraction (voir [Annexe E](#)). Néanmoins, à l'exception d'une limite de détection des substances individuelles pouvant être plus élevée, ces variations n'altèrent généralement pas l'aptitude à l'usage de telles fibres.

Des fibres mal conditionnées engendrent souvent des rendements d'extraction plus faibles (voir [Annexe E](#)) et des résultats difficiles à reproduire; pré-conditionner donc les nouvelles fibres en les étuvant conformément à l'[Article 8](#). Les fibres usées doivent également être conditionnées avant d'être utilisées à nouveau. À cette fin, utiliser deux flacons à échantillons contenant uniquement de l'eau ([5.2](#)) au début de chaque série d'échantillons avant de commencer l'analyse du premier échantillon (voir [8.1](#)).

La performance des fibres utilisées peut diminuer légèrement durant une longue série d'échantillons. Mesurer donc les solutions de référence (voir [5.8.4](#)) à intervalles réguliers pendant la série d'échantillons. La fibre peut continuer à être utilisée tant que la méthode atteint la sensibilité nécessaire pour les substances étudiées. Selon la matrice à analyser, il peut être supposé que la fibre est suffisamment durable pour l'analyse de plus de 500 échantillons.

L'ajout de chlorure de sodium à l'échantillon permet d'améliorer le rendement d'extraction pour la majorité des substances répertoriées dans le [Tableau 1](#). Il est recommandé d'ajouter du sel jusqu'à ce que l'échantillon soit presque saturé (voir [8.1](#)). Il est nécessaire d'ajouter exactement la même quantité de sel dans chaque échantillon lors d'une série d'étalonnage et/ou lors d'une série d'échantillons.

Des dépôts de sel peuvent s'accumuler dans l'aiguille métallique de la seringue du support de fibre après une utilisation prolongée. Des incrustations importantes de sel seront à prévoir si l'aiguille métallique de la seringue du support de fibre est accidentellement immergée dans l'échantillon d'eau. Cela peut endommager la fibre et l'insert de l'injecteur. Ajuster donc précisément la profondeur d'immersion de l'aiguille métallique de la seringue dans le flacon. Si des dépôts de sel sont visibles, rincer l'aiguille avec de l'eau ([5.2](#)) pour dissoudre tout dépôt de sel.

Dans le cadre d'opérations automatiques, il convient d'utiliser des flacons à échantillons avec des bouchons possédant des septums fins (par exemple, entre 0,9 mm et 1,3 mm) afin d'éviter tout problème mécanique lorsque l'aiguille métallique de la seringue transperce le septum (voir [6.4](#)).

Il convient de toujours utiliser des septums fins lorsque des échantillonneurs automatiques sont utilisés pour agiter les flacons à échantillons avec un mouvement planétaire pendant le processus d'extraction. Sinon, l'aiguille métallique de la seringue (et la fibre exposée) peut être endommagée pendant l'extraction.

Pour assurer la précision et l'exactitude des résultats mesurés, maintenir des durées d'extraction constantes pendant le mesurage des échantillons ou le mesurage des solutions de référence (par exemple, 10 min). À cette fin, utiliser de préférence des échantillonneurs automatiques adaptés à la MEPS.

L'extraction de certaines substances répertoriées dans le [Tableau 1](#), conformément au mode opératoire décrit à l'[Article 8](#), dépend de la température. Il est ainsi nécessaire de maintenir une température d'extraction constante pour tous les échantillons d'une même série d'échantillons (par exemple, 40 °C). Des rendements d'extraction légèrement supérieurs sont souvent obtenus à des températures plus élevées. Néanmoins, il convient de ne pas utiliser une température d'extraction considérablement supérieure à 40 °C (voir [8.1](#)) afin de minimiser la désorption des analytes due à des températures élevées et d'éviter une condensation sur la fibre.

4.3 Chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse

Demander l'aide d'opérateurs expérimentés et se référer aux informations données dans le manuel d'utilisation pour éliminer les interférences causées, par exemple, par le système d'injection ou par une séparation insuffisante. Vérifier la performance et la stabilité du système analytique à intervalles réguliers (par exemple, en réalisant des mesures avec des solutions de référence de compositions connues).

Utiliser un insert d'injecteur ayant un diamètre intérieur aussi faible que possible (par exemple, 1 mm) afin de permettre la concentration dans la colonne des substances qui éluent particulièrement rapidement (par exemple, le chlorure de vinyle).

La profondeur (position) d'immersion requise de la fibre dans l'injecteur de l'appareil de chromatographie en phase gazeuse (CG) doit être déterminée pour la désorption thermique. Elle correspond au point le plus chaud de l'injecteur et doit être maintenue constante tout au long d'une série de mesurage.

Lorsque des injecteurs avec septum sont utilisés, utiliser de préférence des aiguilles de seringue pour MEPS ayant un diamètre aussi faible que possible (par exemple, des aiguilles de calibre 24 G) afin d'éviter d'endommager le septum. Avant de percer le septum, il convient de rentrer la fibre dans l'aiguille sur une longueur d'au moins 1 mm pour éviter d'endommager la fibre. Utiliser des septums pré-perçés lorsque possible. Lorsque des injecteurs sans septum sont utilisés, il est préférable d'utiliser des aiguilles de seringue pour MEPS ayant des diamètres plus importants (par exemple, des aiguilles de calibre 23 G), car elles sont plus stables et plus faciles à sceller (voir [6.14](#)).

5 Réactifs

5.1 Généralités

Le contenu des impuretés présentes dans les réactifs et contribuant à la valeur de blanc doit être négligeable par rapport à la concentration de l'analyte à déterminer. Vérifier la valeur de blanc ([8.4](#)) à intervalles réguliers, en particulier lorsqu'un nouveau lot de fibres MEPS est utilisé. Les réactifs à utiliser sont de la plus haute qualité ou de «qualité pour analyse», si disponibles.

5.2 Eau, respectant les exigences de l'ISO 3696, de qualité 1 ou équivalente, sans aucune valeur de blanc d'interférence.

La qualité de l'eau doit être vérifiée.

5.3 Gaz porteurs pour chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse, de grande pureté et conformes aux spécifications du fabricant de l'instrument.

5.4 Chlorure de sodium, NaCl.

5.5 Solvants, utilisés pour la préparation de solutions mères et comme agents de solubilisation pour des solutions de référence aqueuses, par exemple, du méthanol, CH₃OH ou du carbonate de propylène, C₄H₆O₃.

5.6 Thiosulfate de sodium pentahydraté, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

5.7 Étalon interne, des exemples d'étalons internes adaptés sont donnés ci-dessous (voir [Annexe C](#) pour tout complément d'information).

Préparer des solutions mères de substances étalons internes individuelles en procédant de la même manière que pour les substances de référence ([5.8.2](#)) ou utiliser des solutions certifiées de substances individuelles disponibles dans le commerce (par exemple, du méthanol). Préparer des solutions de dopage pour doper les échantillons ([8.1](#)) en diluant davantage les solutions mères avec le solvant (voir [5.5](#)).

5.8 Préparation des solutions de référence

5.8.1 Substances de référence

Substances de référence (telles que répertoriées dans le [Tableau 1](#)) de concentration définie pour la préparation de solutions de référence aqueuses utilisées pour l'étalonnage de l'ensemble du mode opératoire (voir [9.2](#)).

5.8.2 Solutions mères de substances de référence

À titre d'exemple, introduire le solvant ([5.5](#)) dans une fiole jaugée de 100 ml presque à hauteur du repère. Injecter sous la surface du liquide entre 50 μl et 300 μl d'une substance de référence en utilisant une microseringue ([6.9](#)) et remplir jusqu'au repère avec le solvant. Fermer la fiole jaugée avec un bouchon en verre rodé et agiter doucement. Calculer la concentration de la substance ajoutée en prenant en compte la masse volumique indiquée dans le [Tableau 1](#).

NOTE Alternativement, la concentration peut également être calculée par pesage. À cette fin, déterminer l'augmentation de poids résultant de l'addition de la substance de référence avec la microseringue (par exemple, pour la géosmine, le 2-méthylisobornéol et les étalons internes).

Garder les solutions mères à une température inférieure à 6 °C et les protéger de la lumière.

Les solutions mères multi-composants sont stables pendant au moins 12 mois.

5.8.3 Solutions mères multi-composants de substances de référence

À titre d'exemple, introduire le méthanol ou le carbonate de propylène ([5.5](#)) dans une fiole jaugée de 100 ml presque à hauteur du repère. Injecter sous la surface du liquide entre 50 μl et 300 μl de chaque solution mère requise de substance de référence individuelle (solutions conformes à [5.8.2](#)) en utilisant une microseringue ([6.9](#)) et remplir jusqu'au repère avec le solvant. Fermer la fiole jaugée avec un bouchon en verre rodé et agiter doucement.

NOTE Alternativement, des solutions mères certifiées disponibles dans le commerce, composées de substances de référence individuelles (ou mélangées), diluées dans du méthanol par exemple, peuvent être utilisées pour préparer des solutions mères multi-composants.

Garder les solutions mères multi-composants à une température inférieure à 6 °C et les protéger de la lumière.

Les solutions mères multi-composants sont stables pendant au moins six mois.

5.8.4 Solutions de référence aqueuses multi-composants utilisées pour l'étalonnage de l'ensemble du mode opératoire

Préparer la solution de référence aqueuse pour l'étalonnage de l'ensemble du mode opératoire, par exemple, comme suit:

Mesurer 100 ml d'eau (par exemple, dans une fiole jaugée) et ajouter un barreau magnétique.

Placer la fiole sur un agitateur magnétique (6.10) et allumer ce dernier.

Utiliser une microseringue (6.9) pour prélever, par exemple, 10 µl de solution mère multicomposants (5.8.3), l'injecter sous la surface de l'eau agitée et agiter pendant environ 5 minutes avec la fiole fermée.

Ajuster la vitesse d'agitation afin d'éviter la formation d'un vortex de turbulence.

Préparer les solutions de référence de plus fortes et de plus faibles concentrations de la même manière en utilisant les solutions mères multi-composants préparées correspondantes (5.8.3). Toutes les solutions de référence multi-composants aqueuses utilisées pour l'étalonnage multipoint doivent contenir un volume de dopage égal de solution mère multi-composants requise respective.

Ne pas diluer les solutions aqueuses de dopage.

Un faible volume de dopage (par exemple, 10 µl dans 100 ml d'eau) est recommandé pour réduire au minimum les interférences des agents de solubilisation avec le processus d'adsorption des substances du [Tableau 1](#).

Garder les solutions de référence aqueuses à des températures comprises entre 1 °C et 6 °C et les protéger de la lumière jusqu'à leur utilisation.

Les solutions peuvent n'être stables que pour une durée très courte et doivent donc être préparées chaque jour.

6 Appareillage

6.1 Généralités

L'équipement ou les parties de celui-ci qui entreront en contact avec l'échantillon d'eau ou son extrait doivent être exempts de résidus pouvant engendrer des valeurs de blanc d'interférence. Utiliser de préférence des équipements en verre, en acier inoxydable ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

6.2 Fiole à échantillons, flacon en verre, par exemple en verre ambré à fond plat, avec bouchon recouvert de PTFE ou en verre, capacité nominale de 100 ml ou 250 ml, par exemple: un flacon de laboratoire ISO 4796-2 — 250 NJ.

6.3 Flacons à espace de tête, par exemple: flacons à sertir ou flacons filetés, capacité nominale de 20 ml.

6.4 Bouchons à vis ou bouchons sertis magnétiques avec septums recouverts de PTFE (par exemple: septum en butyl/PTFE d'une épaisseur de 0,9 mm à 1,5 mm).

6.5 Pinces à sertir et dessertir, par exemple: pince à sertir manuelle et pince à dessertir manuelle, 20 mm.

6.6 Fioles jaugées de capacités nominales de 10 ml, 25 ml, 50 ml et 100 ml, par exemple: une fiole jaugée ISO 1042 — A10 — C.

6.7 Pipettes jaugées de différentes capacités nominales de 1 ml à 50 ml, par exemple: une pipette conforme à l'ISO 648.

6.8 Pipette à piston en verre avec piston en verre rodé, par exemple, de 10 ml.

6.9 Microseringues de différentes capacités nominales de 5 µl à 500 µl.

6.10 Agitateur magnétique avec un barreau magnétique.

6.11 Appareil de chromatographie en phase gazeuse sur capillaire avec détecteur par spectrométrie de masse (CG-SM) ayant une alimentation en gaz conforme aux instructions des fabricants.

6.12 Injecteur avec, par exemple, un injecteur-vaporisateur à température programmable (PTV), avec ou sans diviseur.

6.13 Échantillonneur automatique équipé pour la MEPS, avec le logiciel pilote requis.

6.14 Fibres MEPS, par exemple: Carboxen®/PDMS¹⁾ (85 µm), DVB/Carboxen®/PDMS¹⁾ (50/30 µm). Des exemples sont donnés dans l'[Annexe A](#).

Utiliser de préférence des fibres avec des aiguilles de calibre 23 G en association avec des injecteurs sans septum. Si un système d'injection avec septum est utilisé, il convient d'utiliser des aiguilles de calibre 24 G (voir [4.3](#)) pour éviter d'endommager les septums.

6.15 Colonnes capillaires pour chromatographie en phase gazeuse, par exemple: des colonnes recommandées pour l'analyse de composés volatils, de préférence avec une épaisseur de revêtement > 1 µm (pour des exemples, voir [Annexe B](#)).

7 Échantillonnage et prétraitement des échantillons

Pour l'échantillonnage, utiliser des fioles à échantillons ([6.2](#)) soigneusement nettoyées. Avant utilisation, rincer les flacons et les bouchons en verre rodé avec l'eau à échantillonner.

Remplir complètement les flacons avec l'eau à analyser et les fermer, en évitant soigneusement de piéger de l'air.

Pour remplir les flacons, utiliser de préférence un tube métallique connecté au robinet et inséré jusqu'au fond du flacon. Ajuster le débit de l'eau afin de pouvoir remplir le flacon en évitant de créer des turbulences.

Ajouter du thiosulfate de sodium pentahydraté ([5.6](#)) aux échantillons d'eau contenant du chlore, pour obtenir une concentration de 80 mg/l à 100 mg/l approximativement.

Le thiosulfate de sodium peut, par exemple, être ajouté au moyen d'une cuillère-spatule avant d'insérer le bouchon. La masse de thiosulfate de sodium ajoutée à l'échantillon n'est pas cruciale. Elle doit néanmoins être suffisante pour déchlorer l'échantillon d'eau.

Traiter et analyser les échantillons d'eau dès que possible après leur prélèvement. Garder les échantillons d'eau dans un endroit sombre, à une température comprise entre 1 °C et 5 °C. Le stockage ne doit pas dépasser 5 jours.

Éviter de chauffer les échantillons pendant le transport.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation des échantillons et extraction

À titre d'exemple, introduire 3,0 g de chlorure de sodium ([5.4](#)) dans un flacon à espace de tête de 20 ml ([6.3](#)). Ajouter une quantité de NaCl constante pour tous les échantillons d'une série d'échantillons.

Il convient que la quantité de NaCl ajoutée conduise à une quasi-saturation, c'est-à-dire 0,3 g par millilitre de volume de l'échantillon (par exemple: 3,0 g de NaCl dans 10 ml d'eau).

1) Carboxen®/PDMS et DVB/Carboxen®/PDMS sont des exemples de produits adaptés, disponibles dans le commerce. Ces exemples ne sont donnés qu'à titre d'information pour les utilisateurs de la présente Norme internationale et ne sauraient constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ces produits.

Prélever 10 ml d'échantillon d'eau à analyser, par exemple, avec une pipette à piston (6.8) et l'ajouter dans le flacon à espace de tête (6.3). Le volume prélevé doit être le même pour le mesurage des échantillons et des solutions de référence utilisées pour l'étalonnage.

Ajouter l'étalon interne (5.7), dissous dans un solvant (5.5) dans l'échantillon et les solutions de référence pour l'étalonnage, par exemple, en injectant 10 µl sous la surface de l'eau en utilisant une microseringue (6.9). Le volume total de solvant (5.5) ajouté par flacon à espace de tête ne doit pas dépasser 20 µl.

Fermer fermement le flacon à espace de tête (6.3) et dissoudre le sel.

Placer, par exemple, les flacons à espace de tête sur l'échantillonneur automatique équipé pour la MEPS (6.13) en respectant l'ordre de la série d'échantillons et sélectionner une période d'incubation des échantillons de 10 min par exemple.

Il convient que les périodes d'incubation sélectionnées pour tous les échantillons soient comprises entre 10 min et 15 min afin d'atteindre la température d'extraction. Toujours maintenir des périodes d'incubation constantes pour tous les échantillons d'une même série.

Utiliser de préférence des fibres MEPS comme spécifié au paragraphe 6.14.

Conditionner les nouvelles fibres en les chauffant dans le four « de décontamination » de l'échantillonneur automatique pour MEPS ou dans l'injecteur du CG. Sélectionner la durée et la température d'étuvage de la fibre en suivant les instructions des fabricants. Avant de commencer l'analyse du premier échantillon de la série, préparer au moins deux flacons à espace de tête contenant uniquement de l'eau (5.2). Un réétalonnage est nécessaire à chaque fois qu'une nouvelle fibre est installée.

Ajuster la température d'extraction à 40 °C par exemple (recommandé) et toujours maintenir cette température constante tout au long d'une même série.

Il convient d'éviter des températures d'extraction en dessous de 30 °C et au-dessus de 45 °C.

Toujours maintenir la vitesse d'agitation constante tout au long d'une même série d'échantillons (par exemple, à 250 min⁻¹). Dans le cadre de systèmes utilisant un agitateur magnétique, insérer l'aiguille de la MEPS à approximativement 3 mm du centre.

Il convient de régler le temps d'extraction à environ 10 min; le temps d'extraction doit rester constant tout au long d'une même série d'échantillons.

NOTE Le temps d'extraction peut être ajusté (par exemple, entre 20 min et 30 min) pour augmenter la sensibilité des substances de volatilité moyenne (par exemple, la géosmine ou le 2-méthylisobornéol).

Désorber dans l'injecteur (par exemple, pendant 10 min à 280 °C). Si la température de fonctionnement maximale spécifiée par le fabricant est en dessous de 280 °C, cette température doit être sélectionnée.

8.2 Chromatographie en phase gazeuse

Optimiser les paramètres de l'instrument conformément aux instructions de fonctionnement du fabricant.

Pour la séparation, utiliser les colonnes capillaires comme spécifié au paragraphe 6.15 (pour des exemples, voir Annexe B).

Sélectionner l'injection sans division pour obtenir la plus grande sensibilité.

Un ratio de division réduit (par exemple, 5:1) peut également être utilisé si la sensibilité requise est assurée. Cela peut permettre une symétrie de signal améliorée pour les substances à élution rapide.