



Norme
internationale

ISO 18475

**Matrices solides
environnementales — Dosage des
polychlorobiphényles (PCB) par
chromatographie en phase gazeuse-
spectrométrie de masse (CG-SM)
ou chromatographie en phase
gazeuse avec détection par capture
d'électrons (CG-ECD)**

*Environmental solid matrices — Determination of polychlorinated
biphenyls (PCB) by gas chromatography - mass selective detection
(GC-MS) or electron-capture detection (GC-ECD)*

Première édition
2023-10

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

ISO 18475:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9b22bb34-8d0c-4f6e-a197-83530109b2b9/iso-18475-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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	vii
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	3
5 Interférences	4
5.1 Interférences lors de l'échantillonnage et de l'extraction	4
5.2 Interférences lors de la chromatographie en phase gazeuse (CG)	4
6 Remarques concernant la sécurité	5
7 Réactifs	5
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 chromatographie sur colonne	6
7.3.3 Purification C par chromatographie par perméation de gel (CPG)	6
7.3.4 Purification D à l'aide de Florisil®	6
7.3.5 Purification E à l'aide de silice H ₂ SO ₄ /silice NaOH	7
7.3.6 Purification F à l'aide d'acide benzènesulfonique/acide sulfurique	7
7.3.7 Purification G à l'aide d'un réactif à base de sulfite de TBA	7
7.3.8 Purification H à l'aide de cuivre pyrogénique	7
7.3.9 Purification I à l'aide de silice/nitrate d'argent	8
7.4 Analyse par chromatographie en phase gazeuse	8
7.5 Étalons	9
7.5.1 Généralités	9
7.5.2 Solutions d'étalonnage	9
7.5.3 Étalons internes et étalons d'injection	9
7.6 Préparation des solutions étalons	10
7.6.1 Préparation des solutions d'étalonnage de PCB	10
7.6.2 Préparation de la solution étalon interne	11
7.6.3 Préparation de la solution étalon d'injection	11
8 Appareillage	11
8.1 Modes opératoires d'extraction et de purification	11
8.2 Chromatographe en phase gazeuse	12
9 Stockage et conservation des échantillons	13
9.1 Stockage des échantillons	13
9.2 Prétraitement des échantillons	13
10 Mode opératoire	13
10.1 Essai à blanc	13
10.2 Extraction	14
10.2.1 Généralités	14
10.2.2 Mode opératoire d'extraction 1: échantillons utilisant de l'acétone/éther de pétrole ou solvant de type hexane et l'agitation ou les ultrasons	15
10.2.3 Mode opératoire d'extraction 2: échantillons utilisant une extraction au Soxhlet ou par liquide pressurisé	16
10.2.4 Mode opératoire d'extraction 3: échantillons utilisant de l'acétone/éther de pétrole ou solvant de type hexane/chlorure de sodium et l'agitation	16
10.3 Concentration	16
10.4 Purification de l'extrait	17
10.4.1 Généralités	17

ISO 18475:2023(fr)

10.4.2	Purification A – Oxyde d'aluminium.....	18
10.4.3	Purification B – Gel de silice.....	18
10.4.4	Purification C – Chromatographie par perméation de gel (CPG).....	18
10.4.5	Purification D – Florisil®.....	19
10.4.6	Purification E – Silice H ₂ SO ₄ /silice NaOH.....	19
10.4.7	Purification F – Acide benzènesulfonique/acide sulfurique.....	19
10.4.8	Purification G – Réactif à base de sulfite de TBA.....	19
10.4.9	Purification H – Purification à l'aide de cuivre pyrogénique pour éliminer le soufre élémentaire et certains autres composés organiques soufrés.....	19
10.4.10	Purification I – AgNO ₃ /silice.....	20
10.5	Ajout de l'étalon d'injection.....	20
10.6	Analyse par chromatographie en phase gazeuse (CG).....	20
10.6.1	Généralités.....	20
10.6.2	Réglage du chromatographe en phase gazeuse.....	20
10.7	Spectrométrie de masse (SM).....	20
10.7.1	Réglages du spectromètre de masse.....	20
10.7.2	Étalonnage de la méthode à l'aide d'un étalon interne.....	21
10.7.3	Mesurage.....	22
10.7.4	Identification.....	22
10.7.5	Vérification des performances de la méthode.....	22
10.7.6	Calcul.....	23
10.8	Détection par capture d'électrons (ECD).....	24
10.8.1	Généralités.....	24
10.8.2	Réglages de l'ECD.....	24
10.8.3	Étalonnage de la méthode à l'aide d'étalons internes.....	24
10.8.4	Mesurage.....	25
10.8.5	Identification.....	25
10.8.6	Vérification des performances de la méthode ECD.....	25
10.8.7	Calcul.....	26
11	Caractéristiques de performance.....	26
12	Fidélité.....	26
13	Rapport d'essai.....	26
Annexe A (informative)	Données de répétabilité et de reproductibilité.....	27
Annexe B (informative)	Exemples de conditions pour la chromatographie en phase gazeuse et temps de rétention des PCB.....	32
Annexe C (informative)	Méthode de calcul pour l'estimation de la teneur totale en PCB.....	33
Bibliographie.....		40

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 propriété 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 de tels droits de brevet.

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 préparé par le Comité européen de normalisation (CEN) (en tant qu'EN 17322:2020) et a été adopté, sans modifications autres que celles mentionnées ci-dessous, par le Comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Caractérisation physique et chimique*:

- modification de la référence à l'ISO 5667-15 par la référence à l'ISO 5667-15; 0109b2b9/iso-18475-2023
- modification de la référence à l'ISO 16720 par la référence à l'ISO 16720;
- modification de la référence à l'ISO 22892 par la référence à l'ISO 22892;
- modification de la référence à l'ISO 5667-13 par la référence à l'ISO 5667-13;
- modification de la référence à l'ISO 6468 par la référence à l'ISO 6468;
- harmonisation de l'orthographe de sulfate et de sulfite;
- révision sur le plan rédactionnel.

Cette première édition annule et remplace l'ISO 10382:2002 et l'ISO 13876:2013, qui ont fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- suppression de l'analyse par POC (le présent document spécifie les méthodes de détermination quantitative des polychlorobiphényles);
- ajout de la CG-SM en tant que méthode de détection;
- extension du domaine d'application aux boues, sédiments, biodéchets traités et déchets;

ISO 18475:2023(fr)

- ajout de techniques d'extraction modernes et de méthodes couramment utilisées présentant des temps d'extraction optimisés, de méthodes de purification éprouvées et de méthodes de quantification de pointe;
- mise à jour des références normatives.

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.

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

[ISO 18475:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9b22bb34-8d0c-4f6e-a197-83530109b2b9/iso-18475-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9b22bb34-8d0c-4f6e-a197-83530109b2b9/iso-18475-2023>

Introduction

Les polychlorobiphényles (PCB) ont été largement utilisés comme additifs dans les applications industrielles où une stabilité chimique était requise. Cependant, cette stabilité crée des problèmes environnementaux lorsque les PCB sont ensuite libérés dans l'environnement. Certains de ces composés PCB étant très toxiques, leur présence dans l'environnement (air, eau, sol, sédiments et déchets) est régulièrement surveillée et contrôlée. À l'heure actuelle, la détermination des PCB dans ces diverses matrices s'effectue dans la plupart des laboratoires de contrôle en routine, après les étapes préliminaires d'échantillonnage, de prétraitement, d'extraction et de purification, par le mesurage de PCB spécifiques par chromatographie en phase gazeuse combinée à une détection par spectrométrie de masse (CG-SM) ou par chromatographie en phase gazeuse combinée à une détection par capture d'électrons (CG-ECD).

Le présent document a été élaboré en fusionnant l'EN 16167:2018, initialement élaborée par le CEN sous forme d'une spécification technique dans le cadre du projet européen «HORIZONTAL» et validée par le CEN/TC 400 avec l'appui du BAM, et l'EN 15308, publiée par le CEN/TC 292.

Compte tenu des différentes matrices et des éventuels composés interférents, le présent document ne décrit pas qu'une seule méthode de travail possible. Plusieurs choix sont possibles, notamment en ce qui concerne la purification. Une détection par spectrométrie de masse (SM) ou une détection par capture d'électrons (ECD) est possible. Deux modes opératoires d'extraction et neuf modes opératoires de purification différents sont décrits. L'utilisation d'étalons internes et d'étalons d'injection est décrite afin de disposer d'un contrôle interne au choix pour le mode opératoire d'extraction et de purification. La méthode concorde autant que possible avec la méthode décrite pour les HAP (EN 16181:2018 et EN 15527:2008). Sa robustesse a été évaluée.

Le présent document est applicable et validé pour plusieurs types de matrices, tels qu'indiqué dans le [Tableau 1](#) (voir également 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	Sols sablonneux Mélange de sols des environs de Berlin, Allemagne, et de sols de référence allemands exempts de PCB
Boue	Mélange de boues provenant de stations d'épuration des eaux urbaines de Rhénanie-du-Nord-Westphalie, Allemagne
Biodéchets	Mélange de compost des environs de Berlin, Allemagne, et de boues de Rhénanie-du-Nord-Westphalie, Allemagne
Déchets	Sols contaminés, déchets de démolition, chutes de bois, déchets de mastic d'étanchéité, déchets électroniques, fraction légère des résidus de broyage, déchets de broyage de câbles

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme 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 réalisés conformément au présent document soient effectués par du personnel ayant suivi une formation appropriée.