
**Qualité de l'eau — Dosage de certains
insecticides organochlorés, des
polychlorobiphényles et des
chlorobenzènes — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse après
extraction liquide-liquide**

*Water quality — Determination of certain organochlorine insecticides,
polychlorinated biphenyls and chlorobenzenes — Gas chromatographic
method after liquid-liquid extraction*



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6468 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes B à H sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Qualité de l'eau — Dosage de certains insecticides organochlorés, des polychlorobiphényles et des chlorobenzènes — Méthode par chromatographie en phase gazeuse après extraction liquide-liquide

AVERTISSEMENT ET PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — La présente méthode utilise des solvants organiques inflammables et toxiques. Observer les règles de sécurité en vigueur.

Le détecteur à capture d'électrons (DCE) contient des radionucléides. Observer les précautions de sécurité nécessaires ainsi que les exigences légales.

Les hydrocarbures halogénés et les chloropesticides utilisés pour la préparation des solutions étalons sont toxiques. En conséquence, les règles de sécurité doivent être strictement observées.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode pour le dosage de certains insecticides organochlorés, des polychlorobiphényles (PCB) et des chlorobenzènes (sauf le mono- et le dichlorobenzène) présents dans les eaux destinées à la consommation humaine, les eaux souterraines, les eaux de surface et les eaux usées.

La méthode est applicable aux échantillons contenant jusqu'à 0,05 g/l de matières en suspension. En présence de matières organiques, de matières en suspension et de colloïdes, les interférences sont plus nombreuses et les limites de détection sont donc plus élevées.

La méthode décrite dans la présente Norme internationale ne donne des informations que sur certains composés PCB spécifiques, et non sur le taux total de tous les composés PCB.

Selon les types de composés à détecter et l'origine de l'eau, les limites de détection indiquées au tableau 1 sont applicables pour la méthode décrite dans la présente Norme internationale, pour des eaux à faible teneur organique.

Compte tenu des très faibles concentrations habituellement présentes dans les eaux, le problème de la

contamination est particulièrement important. Plus le niveau mesuré est faible, plus il faut prendre de précautions et tout particulièrement lorsque les concentrations sont inférieures à 10 ng/l.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre de Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.*

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.*

Tableau 1 — Limites de détection

Acronymes	Noms chimiques (IUPAC)	Limites de détection
Insecticides organochlorés:		
HCH	Hexachloro-1, 2, 3, 4, 5, 6 cyclohexane cinq stéréo-isomères:	
Lindane	alpha-HCH bêta-HCH gamma-HCH delta-HCH epsilon-HCH	
<i>o,p'</i> -DDE	Dichloro-1,1 (chloro-2 phényl)-2 (chloro-4 phényl)-2 éthylène	
<i>p,p'</i> -DDE	Dichloro-1,1 bis(chloro-4 phényl)-2,2 éthylène	1 ng/l
<i>o,p'</i> -TDE	Dichloro-1,1 (chloro-2 phényl)-2 (chloro-4 phényl)-2 éthane (= <i>o,p'</i> -DDD)	à
<i>p,p'</i> -TDE	Dichloro-1,1 bis(chloro-4 phényl)-2,2 éthane (= <i>p,p'</i> -DDD)	10 ng/l
<i>o,p'</i> -DDT	Trichloro-1,1,1 (chloro-2 phényl)-2 (chloro-4 phényl)-2 éthane	selon
<i>p,p'</i> -DDT	Trichloro-1,1,1 bis(chloro-4 phényl)-2,2 éthane	le composé
Méthoxychlore	Trichloro-1,1,1 bis(méthoxy-4 phényl)-2,2 éthane	
Aldrine	<i>Endo-exo</i> -hexachloro-1,2,3,4,10,10 hexahydro-1,4,4a,5,8,8a diméthano-1:4,5:8 naphthalène	
Dieldrine	<i>Endo-exo</i> -hexachloro-1,2,3,4,10,10 époxy-6,7 octahydro-1,4,4a,5,6,7,8,8a diméthano-1:4,5:8 naphthalène	
Endrine	<i>Endo-endo</i> -hexachloro-1,2,3,4,10,10 époxy-6,7 octahydro-1,4,4a,5,6,7,8,8a diméthano-1:4,5:8 naphthalène	
Heptachlore¹⁾	Heptachloro-1,4,5,6,7,8,8 tétrahydro-3a,4,7,7a méthano-4:7 indène ¹⁾	
Heptachlorépoxyde	Heptachloro-1,4,5,6,7,8,8 époxy-2,3 tétrahydro-3a,4,7,7a méthano-4:7 indane	
Endosulfan^{1) 2)}	Oxyde d'hexachloro-1,9,10,11,12,12 dioxa-4,6 thia-5 tricyclo [7.2.1.0 ^{2,8}] dodécène-10: alpha-Endosulfan bêta-Endosulfan	
Chlorobenzènes:		
TrCB	Trichlorobenzène	1 ng/l
TeCB	Tétrachlorobenzène	à
PeCB	Pentachlorobenzène	10 ng/l
HCb	Hexachlorobenzène	selon
PCNB (Quintozène)	Pentachloronitrobenzène	le composé
Polychlorobiphényles:		
PCB 28	Trichloro-2, 4, 4' biphényle	
PCB 52	Tétrachloro-2, 2', 5, 5' biphényle	1 ng/l
PCB 101	Pentachloro-2, 2', 4, 5, 5' biphényle	à
PCB 138	Hexachloro-biphényle-2, 2', 3, 4, 4', 5'	50 ng/l
PCB 153	Hexachloro-biphényle-2, 2', 4, 4', 5, 5'	selon
PCB 180	Heptachloro-biphényle-2, 2', 3, 4, 4', 5, 5'	le composé
PCB 194	Octachloro-biphényle-2, 2', 3, 3', 4, 4', 5, 5'	
1) L'analyse de l' α - et du β -l'endosulfan ainsi que de l'heptachlore demande un soin tout particulier compte tenu de leur faible stabilité.		
2) Le nom «endosulfan» n'est pas acceptable pour l'emploi en Italie, car il entre en conflit avec une marque commerciale enregistrée dans ce pays.		

3 Principe

Extraction liquide-liquide des insecticides organochlorés, des chlorobenzènes et des PCB par un solvant d'extraction. Après concentration des composés peu volatils et toutes les opérations de purification pouvant être nécessaires, les extraits sont analysés par chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'un détecteur à capture d'électrons.

Toute substance détectée par le détecteur à capture d'électrons dont le temps de rétention est indifférentiable de celui d'un composé recherché, interfère. En pratique, de nombreuses substances interférentes seront éliminées lors des opérations d'extraction et de purification.

NOTE 1 Pour l'analyse des composés organochlorés selon la présente Norme internationale, en général, deux colonnes capillaires de polarité différente suffisent. Il convient de considérer les résultats ainsi obtenus comme des concentrations maximales, pouvant cependant être influencés par des substances coéluant. Il est possible de rencontrer des cas où une identification plus précise est requise.

4 Réactifs et produits

Tous les réactifs doivent être d'une pureté suffisante afin de ne pas donner lieu à l'apparition de pics significatifs interférant dans les chromatogrammes des essais à blanc. Le degré de pureté des réactifs utilisés dans ce mode opératoire doit être vérifié en effectuant une série d'essais à blanc (voir 7.6).

NOTE 2 Des solvants de «qualité pesticide» sont disponibles dans le commerce. L'utilisation de ces produits est recommandée, seulement après vérification de leur qualité. La qualité d'un solvant est vérifiée par évaporation d'environ 200 ml de produit jusqu'à 1 ml et analyse du concentré afin de doser les composés devant être analysés par la suite. Il convient de considérer le solvant comme acceptable s'il ne donne pas lieu à un pic interférant détectable dans le chromatogramme de la substance recherchée.

4.1 Eau purifiée, par exemple par échange d'ions ou adsorption sur colonne de carbone.

4.2 Solvant d'extraction.

L'hexane, l'éther de pétrole ou l'heptane conviennent.

NOTE 3 Il est également possible d'utiliser tout autre solvant répondant aux exigences de 8.3 (rendement $\geq 60\%$).

4.3 Sulfate de sodium (Na_2SO_4), anhydre.

Chauffer à $500\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ pendant $4\text{ h} \pm 30\text{ min}$, une portion de 250 ml à 300 ml de poudre de sulfate de

sodium, puis refroidir à une température de $200\text{ }^\circ\text{C}$ dans un four à moufle, puis à température ambiante dans un dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium ou tout autre équivalent.

4.4 Décane ($\text{C}_{10}\text{H}_{22}$) ou **dodécane** ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$), ou tout autre agent de conservation non détectable par le détecteur à capture d'électrons.

4.5 Alumine séchée.

Faire chauffer un lot de 500 g au maximum d'alumine inerte, de granulométrie comprise entre $50\text{ }\mu\text{m}$ et $200\text{ }\mu\text{m}$, à une température de $500\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ pendant $4\text{ h} \pm 30\text{ min}$, dans un récipient de silice dans un four à moufle. Laisser refroidir jusqu'à $200\text{ }^\circ\text{C}$ dans le four puis, jusqu'à température ambiante dans un dessiccateur. Conserver dans un récipient en verre hermétiquement fermé.

4.6 Alumine désactivée.

Peser une portion d'alumine séchée (4.5) dans un récipient en verre pouvant fermer hermétiquement puis ajouter $7\% \pm 0,2\%$ (*m/m*) d'eau (4.1). Fermer hermétiquement et agiter pendant au moins 2 h afin que le mélange soit homogène. Conserver dans un récipient en verre hermétiquement fermé.

Le récipient, une fois ouvert, est généralement conservé environ une semaine. Au-delà, retraiter les lots comme décrit en 4.5 et ci-dessus.

4.7 Alumine/nitrate d'argent.

Dissoudre $0,75\text{ g} \pm 0,01\text{ g}$ de nitrate d'argent dans $0,75\text{ ml} \pm 0,01\text{ ml}$ d'eau (4.1) au moyen d'une microburette. Ajouter $4,0\text{ ml} \pm 0,2\text{ ml}$ d'acétone puis $10\text{ g} \pm 0,2\text{ g}$ d'alumine désactivée (4.6). Bien mélanger le tout en agitant dans une fiole conique ouverte, à l'abri de la lumière. Laisser l'acétone s'évaporer à température ambiante, éviter la condensation, par exemple en réchauffant la fiole avec les mains.

Conserver à l'abri de la lumière et utiliser dans les 4 h suivant la préparation.

4.8 Gel de silice, de granulométrie comprise entre $63\text{ }\mu\text{m}$ et $200\text{ }\mu\text{m}$, chauffé à $500\text{ }^\circ\text{C} \pm 30\text{ }^\circ\text{C}$ en lots de 500 g au maximum pendant environ 14 h. Laisser refroidir à environ $200\text{ }^\circ\text{C}$ dans le four puis à température ambiante dans un flacon hermétiquement fermé placé dans un dessiccateur sans agent desséchant. Utiliser ce produit dans la semaine. Désactiver le gel de silice en pesant une quantité appropriée de silice et en y ajoutant 3% (*m/m*) d'eau (4.1). Agiter pendant au moins 2 h afin que le mélange soit homogène et conserver dans un récipient en verre hermétiquement fermé.

Le gel de silice désactivé doit être utilisé dans les 24 h.