

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
8762

Première édition  
1988-12-01



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION  
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION  
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

## Air des lieux de travail — Détermination du chlorure de vinyle — Méthode par tube à charbon actif/ chromatographie en phase gazeuse

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

*Workplace air — Determination of vinyl chloride — Charcoal tube/gas chromatographic method*

[ISO 8762:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68415693-ef8f-428f-a5a3-e52101f7c950/iso-8762-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68415693-ef8f-428f-a5a3-e52101f7c950/iso-8762-1988>

Numéro de référence  
ISO 8762:1988 (F)

## 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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8762 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68415693-ef8f-428f-a5a3-e52101f7c950/iso-8762-1988>

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

# Air des lieux de travail — Détermination du chlorure de vinyle — Méthode par tube à charbon actif/ chromatographie en phase gazeuse

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la concentration de monomères de chlorure de vinyle dans l'air des lieux de travail, en appliquant un mode opératoire par tube à charbon actif/ chromatographie en phase gazeuse.

La méthode est valable pour des concentrations de chlorure de vinyle comprises entre  $250 \mu\text{g}/\text{m}^3$  ( $\approx 100 \mu\text{l}/\text{m}^3$ ) et  $25 \text{mg}/\text{m}^3$  ( $\approx 10 \text{ml}/\text{m}^3$ ) pour un échantillonnage de 30 litres d'air<sup>[1]</sup>.

NOTE — La limite supérieure de la gamme utile est déterminée par la capacité d'adsorption du tube à charbon actif utilisé. Cette capacité est mesurée par le volume de saturation d'air qu'il convient de ne pas dépasser lors de l'échantillonnage. La limite inférieure est fixée par un certain nombre de paramètres, dont le niveau de bruit du détecteur, les concentrations à blanc dues à la contamination du charbon de bois et du sulfure de carbone par le chlorure de vinyle, une mauvaise efficacité de désorption à très basses charges d'échantillon et l'interférence du pic du solvant dans l'analyse chromatographique en phase gazeuse.

Ce mode opératoire est compatible avec du matériel d'échantillonnage individuel à faible débit. Il se prête à l'échantillonnage individuel ou à emplacement fixe. Il ne peut servir à mesurer des variations instantanées ou rapides de concentration de chlorure de vinyle. Dans ce cas, il convient de recourir à d'autres modes opératoires in situ, tels que la chromatographie en phase gazeuse ou la spectrométrie infrarouge pour mesurer des variations rapides de concentration. Les composants organiques qui présentent un temps de rétention identique ou quasi-identique à celui du chlorure de vinyle au cours de l'analyse chromatographique en phase gazeuse peuvent interférer. On peut réduire les interférences par un choix approprié des colonnes de chromatographie en phase gazeuse et des conditions de programmation.

Pour certaines applications, d'autres détecteurs comme le détecteur à photoionisation peuvent offrir une plus grande sélectivité et sensibilité au chlorure de vinyle.

Les brouillards d'eau, une humidité élevée et d'autres vapeurs en forte concentration réduisent la capacité d'adsorption du chlorure de vinyle par le charbon actif.

La méthode d'échantillonnage donne un résultat moyen pondéré dans le temps.

## 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 des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

ISO 6349 : 1979, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthode par perméation.*

## 3 Principe

On fait passer un volume d'air connu à travers un tube en verre ou en métal contenant du charbon actif. Le chlorure de vinyle est adsorbé sur le charbon actif. Le chlorure de vinyle ainsi recueilli est désorbé à l'aide de sulfure de carbone et analysé au moyen d'un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur à ionisation de flamme.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Chlorure de vinyle** liquide, dans une petite bouteille à gaz.

**AVERTISSEMENT** — Le chlorure de vinyle est reconnu comme étant une substance cancérigène pour l'homme. Éviter toute exposition par inhalation ou contact cutané. Une protection individuelle (par exemple un masque respiratoire efficace) doit être disponible partout où l'on doit s'attendre à une exposition au chlorure de vinyle.

Les vapeurs de chlorure de vinyle sont extrêmement inflammables. Son emploi ne doit intervenir que sous une hotte bien ventilée. Un extincteur efficace doit être disponible à tout moment.

**4.2 Sulfure de carbone** (CS<sub>2</sub>), de qualité chromatographique, vérifié préalablement par recherche des composants pouvant éluer en même temps que le pic du chlorure de vinyle. Le CS<sub>2</sub> ne doit pas contenir d'impuretés pouvant coéluer avec le chlorure de vinyle en donnant une réponse supérieure à 0,06 ng de chlorure de vinyle pour un volume d'injection de 1 µl. Ce point doit être contrôlé pour chaque lot de CS<sub>2</sub>.

**AVERTISSEMENT** — Les vapeurs de sulfure de carbone sont toxiques. Éviter toute exposition par inhalation ou contact cutané. Le sulfure de carbone est extrêmement inflammable. Son emploi ne doit intervenir que sous une hotte bien ventilée. Un extincteur efficace doit être disponible à tout moment.

Le rejet de petites quantités résiduelles de sulfure de carbone doit s'effectuer conformément aux règlements locaux et aux pratiques acceptées.

**4.3 Charbon d'écorce de noix de coco actif**, de granulométrie 0,35 mm à 0,85 mm. Avant de garnir les tubes, le charbon actif doit être chauffé dans une atmosphère inerte, par exemple de l'azote très pur, à environ 600 °C pendant 1 h. Afin d'empêcher la recontamination du charbon actif, il doit être conservé dans une atmosphère propre pendant son refroidissement à la température ambiante et stocké dans des tubes.

NOTE — Des tubes contenant du charbon d'écorce de noix de coco actif prétraité sont disponibles dans le commerce (voir 5.1).

**4.4 Chlorure de vinyle**, solutions étalons pour l'établissement de la courbe d'étalonnage.

**4.4.1 Chlorure de vinyle**, solution étalon contenant 260 mg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl par litre.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 10,0 ml de sulfure de carbone (4.2) dans une fiole (5.10), boucher celle-ci et refroidir dans de la neige carbonique. Créer une vapeur pure de chlorure de vinyle à la pression atmosphérique en remplissant partiellement un sac (5.11), dans lequel on aura préalablement fait le vide, de gaz pur à partir de la petite bouteille (4.1).

Remplir la seringue (5.8) avec 1,0 ml de la vapeur de chlorure de vinyle pur se trouvant dans le sac, puis fermer le robinet de la seringue. Introduire l'extrémité de l'aiguille, par le bouchon à septum, dans le sulfure de carbone. Ouvrir le robinet et tirer légèrement le piston, pour que le sulfure de carbone pénètre dans la seringue. L'action du chlorure de vinyle se dissolvant dans le sulfure de carbone crée un vide et la seringue se remplit de solvant. Réintroduire la solution dans la fiole. Balayer la seringue deux fois avec la solution et réintroduire les produits de rinçage dans la fiole.

1 ml de cette solution étalon contient 260 µg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl.

NOTE — Les concentrations de chlorure de vinyle sont données dans le cas où la vapeur de chlorure de vinyle est injectée à 20 °C et 101,3 kPa.

**4.4.2 Chlorure de vinyle**, solution étalon contenant 52 mg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl par litre.

Introduire environ 5 ml de sulfure de carbone (4.2) dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml. Ajouter, à l'aide d'une pipette, 2 ml de la solution étalon (4.4.1) dans cette fiole, diluer jusqu'au trait avec le sulfure de carbone et bien mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 52 µg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl.

**4.4.3 Chlorure de vinyle**, solution étalon contenant 5,2 mg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl par litre.

Introduire environ 5 ml de sulfure de carbone (4.2) dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml. Ajouter, à l'aide d'une pipette, 1 ml de la solution étalon (4.4.2) dans cette fiole, diluer jusqu'au trait avec le sulfure de carbone et bien mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 5,2 µg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl.

**4.4.4 Chlorure de vinyle**, solution étalon contenant 0,52 mg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl par litre.

Introduire environ 5 ml de sulfure de carbone (4.2) dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml. Ajouter, à l'aide d'une pipette, 1 ml de la solution étalon (4.4.3) dans cette fiole, diluer jusqu'au trait avec le sulfure de carbone et bien mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 0,52 µg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl.

**4.4.5 Chlorure de vinyle**, solution étalon contenant 0,052 mg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl par litre.

Introduire environ 5 ml de sulfure de carbone (4.2) dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml. Ajouter, à l'aide d'une pipette, 1 ml de la solution étalon (4.4.4) dans cette fiole, diluer jusqu'au trait avec le sulfure de carbone et bien mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 0,052 µg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl.

**4.5 Chlorure de vinyle**, solutions de contrôle pour la vérification de la courbe d'étalonnage.

**4.5.1 Chlorure de vinyle**, solution de contrôle contenant 130 mg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl par litre.

Préparer cette solution comme décrit en 4.4.1, mais injecter 0,5 ml au lieu de 1,0 ml de la vapeur de chlorure de vinyle.

1 ml de cette solution de contrôle contient 130 µg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl.

**4.5.2 Chlorure de vinyle**, solution de contrôle contenant 52 mg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl par litre.

Utiliser la solution étalon (B.3.1.4).

1 ml de cette solution de contrôle contient 52 µg de C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Tubes d'échantillonnage à charbon actif**, comportant deux zones, de 5 mm à 7 mm de diamètre intérieur, garnies de charbon actif d'écorce de noix de coco (4.3), la première zone contenant 750 mg à 800 mg et la deuxième zone 200 mg à 250 mg. Les zones sont séparées et leur contenu est maintenu en place par un matériau inerte, par exemple des tampons en laine de verre (silicaté de préférence).

La perte de charge à travers le tube à charbon actif ne doit pas dépasser 3 kPa au débit maximal utilisé pour l'échantillonnage (dans la présente Norme internationale, 200 ml/min). Les tubes en verre doivent être placés dans des supports. Contrôler l'efficacité de désorption  $D$  pour chaque lot de tubes utilisés selon l'une des méthodes prescrites dans l'annexe B. Si l'efficacité de désorption est inférieure à 0,75 (75 %), les tubes ne doivent pas être utilisés.

Des colliers doivent être fournis pour maintenir le tube à charbon actif et les tuyaux de branchement au revers du porteur.

**ATTENTION — Ne pas utiliser les tubes d'échantillonnage en présence d'un tuyau en amont du charbon actif, ce qui peut créer des interférences lors de l'échantillonnage et/ou de l'analyse.**

### NOTES

1 On peut substituer aux tubes à deux zones du commerce, deux tubes à une zone placés en série, le premier étant garni d'au moins 750 mg de charbon actif. L'intérêt de cette disposition est qu'il n'est pas nécessaire de conserver les tubes à des températures inférieures à la température ambiante après l'échantillonnage.

2 Des tubes conformes à ces exigences sont disponibles dans le commerce mais peuvent être également réalisés par l'utilisateur.

**5.2 Bouchons en polyéthylène**, pour obturer les tubes de charbon actif. Les bouchons doivent s'adapter parfaitement aux tubes pour empêcher les fuites.

**5.3 Pompe à débit réglable**, pouvant être portée par une personne dans l'exécution normale de sa tâche et pouvant fonctionner en continu pendant 8 h au débit utilisé (entre 50 ml/min et 200 ml/min, voir article 6). Le volume d'air prélevé par la pompe durant la période d'échantillonnage recommandée doit être égal, à 10 % près, au volume calculé. Le débit doit être constant à 5 % près pendant l'échantillonnage.

Étalonner la pompe à l'aide d'un tube à charbon représentatif (5.1) et du débitmètre à lame de savon (5.5).

La pompe doit être conforme aux règlements de sécurité locaux.

**5.4 Tuyaux en matière plastique ou en caoutchouc**, d'environ 90 cm de longueur et d'un diamètre approprié, pour assurer un branchement sans fuite à la pompe et au tube d'échantillonnage ou, le cas échéant, au support de tube.

**5.5 Débitmètre à lame de savon**, pour étalonner la pompe (5.3), de 50 ml à 100 ml de capacité.

**5.6 Seringue**, de 10  $\mu$ l de capacité, à graduations de 0,1  $\mu$ l.

**5.7 Seringue**, de 50  $\mu$ l de capacité, à graduations de 1  $\mu$ l.

**5.8 Seringue étanche aux gaz**, de 1 ml de capacité, à graduations de 0,05 ml.

**5.9 Seringue étanche aux gaz**, de 20 ml de capacité, à graduations de 0,5 ml.

**5.10 Fioles**, avec bouchons à septum ou bouchons en verre, de 10 ml de capacité nominale.

**5.11 Sacs de gaz**, de 1 litre ou 5 litres de capacité, pour préparer des mélanges de gaz pour étalonnage. Conviennent des sacs fabriqués à partir d'un matériel inerte, par exemple le polyester stratifié à feuilles d'aluminium. La solubilité significative du chlorure de vinyle dans le polytétrafluoroéthylène (PTFE) rend les sacs en PTFE impropres à cette utilisation.

### NOTES

1 On peut se procurer des concentrations types de chlorure de vinyle dans l'air. On peut également les préparer en laboratoire, par exemple, par un procédé dynamique à l'aide de tubes à perméation (voir ISO 6349).

2 La référence bibliographique [1] (annexe C) indique une autre méthode pour obtenir des atmosphères types.

**5.12 Chromatographe en phase gazeuse**, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme, capable de détecter 0,25 ng de chlorure de vinyle, avec un rapport signal/bruit d'au moins 5:1.

**5.13 Colonne de chromatographie en phase gazeuse**, capable de séparer le chlorure de vinyle d'autres constituants.

On doit contrôler l'adéquation de la colonne en l'essayant avec au moins deux colonnes de remplissage dissemblables, pour s'assurer de l'absence d'interférence. Le tableau 1 présente un certain nombre de colonnes de séparation jugées adéquates. Cette liste n'est pas exhaustive. Des colonnes capillaires peuvent également convenir.

## 6 Échantillonnage

Fixer la pompe (5.3) à un tube à charbon actif (5.1) par un tuyau en caoutchouc ou en matière plastique (5.4), en plaçant la zone postérieure le plus près possible de la pompe.

Lorsqu'on suspecte une humidité relative supérieure à 80 % ou de fortes concentrations d'autres interférences, utiliser un second tube à charbon actif monté en série et identique au premier.

En cas d'utilisation d'un second tube en série, s'assurer que l'étalonnage de la pompe a préalablement été effectué avec deux tubes en série.

Fixer le tube à charbon actif en position verticale au revers de l'opérateur, pour l'échantillonnage individuel. Fixer ensuite la pompe à l'opérateur, de façon à le gêner le moins possible. Pour l'échantillonnage à poste fixe, choisir un point d'échantillonnage adéquat.

**Tableau 1 — Caractéristiques des colonnes de chromatographie en phase gazeuse capables de séparer le chlorure de vinyle d'autres constituants**

Colonne n°	1	2	3	4	5	6	7
Longueur, m	3	6	1,8	1,8	1,8	2	1,5
Diamètre intérieur, mm	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2
Phase stationnaire	DC 200	SE 30	Porapak Q	Chromosorb 102	Carbowax 1500	acide picrique	Porapak S Porapak T 80 : 20
Support	Chromosorb W/HP	Chromosorb W/AW/DMCS			Carbopak A	Carbopak C	
Granulométrie, µm	135 à 177	135 à 177	—	135 à 177	—	80 à 100	80 à 100
Phase stationnaire sur le support, %	10	10	—	—	0,4	0,19	—
Température de la colonne, °C	75	60	135	145	ambiante	50	110
Référence bibliographique	[3]	[4]	[5]	[6]	[7]	[8]	[9]

Mettre la pompe en marche et régler le débit pour obtenir un débit d'échantillonnage de 100 ml/min à 200 ml/min sur 4 h ou de 50 ml/min à 100 ml/min sur 8 h d'échantillonnage. Relever et consigner l'heure, la température, le débit et la pression atmosphérique, lors de la mise en marche de la pompe.

Si l'on n'analyse pas les échantillons dans les 8 h qui suivent, les conserver dans un récipient clos en métal ou en verre placé soit dans de la neige carbonique, soit dans un compartiment à glace maintenu à  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  ou à une température plus basse.

ISO 8762:1988

NOTES

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68415693-ef8f-428f-a5a3-e52101f7c950/iso-8762-1988>

#### NOTES

1 L'efficacité d'adsorption ne change pas de manière significative à des débits inférieurs à 200 ml/min.

2 L'échantillonnage sera efficace à 100 % à condition de ne pas dépasser la capacité d'échantillonnage du charbon actif. En cas de dépassement, il se produira un passage de vapeur de la première zone à la deuxième zone du tube (ou au deuxième tube, si on applique la disposition en série). Le volume de saturation est défini et peut être déterminé comme prescrit dans l'annexe A. Ce volume varie en fonction de la température ambiante, de l'humidité relative, de la concentration de chlorure de vinyle et d'autres agents de contamination, enfin du débit d'échantillonnage. Une augmentation de l'un de ces paramètres entraîne une baisse du volume de saturation. Un volume de saturation typique du charbon actif d'écorce de noix de coco à une concentration de chlorure de vinyle de  $2,6\text{ mg/m}^3$  et à faible humidité relative (inférieure à 50 %) est d'environ 100 l/g, soit par exemple environ 75 litres pour la première zone du tube à charbon actif.

3 Un échantillon d'environ 30 litres suffit à déterminer des concentrations de chlorure de vinyle comprises entre  $250\text{ }\mu\text{g/m}^3$  et  $25\text{ mg/m}^3$  sans adsorption sur la deuxième zone.

À la fin de l'échantillonnage, relever et consigner le débit, arrêter la pompe et noter l'heure, la température et la pression atmosphérique.

Débrancher le tube d'échantillonnage et obturer ses deux extrémités à l'aide de bouchons en polyéthylène (5.2). Étiqueter chaque tube.

NOTE 4 — Si l'on utilise un second tube, il convient de le conserver séparément.

5 Une conservation d'au maximum 10 jours dans les conditions précitées reste sans effet sur les résultats de l'analyse<sup>[1]</sup>.

6 Un stockage à  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  est recommandé pour retarder la migration et empêcher la perte d'échantillon.

Choisir l'un des tubes du lot utilisé pour l'échantillonnage et le soumettre aux mêmes manipulations que les tubes à échantillon sauf qu'on n'y admet pas d'air. L'étiqueter comme tube à blanc.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Étalonnage

Doser trois fois chaque solution étalon de chlorure de vinyle (4.4) par chromatographie en phase gazeuse.

Introduire de façon reproductible une partie aliquote comprise entre 1 µl et 5 µl de la solution étalon dans le chromatographe (5.12). Le volume aliquote doit être identique pour chaque solution étalon et chaque échantillon.

En cas de surcharge du système de chromatographie, utiliser des volumes échantillons plus petits. Dans ce cas, augmenter d'autant le seuil inférieur de détection.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant les aires des pics de chlorure de vinyle, corrigés des valeurs à blanc (sulfure de carbone), en fonction des concentrations en masse des solutions étalons de chlorure de vinyle, en microgrammes par millilitre.

Vérifier la courbe d'étalonnage en analysant les solutions de contrôle (4.5). Si la différence dépasse 5 %, effectuer un nouvel étalonnage.

## 7.2 Détermination

Introduire, à l'aide d'une pipette, exactement 5,0 ml de sulfure de carbone (4.2) dans une fiole (5.10) et boucher aussitôt. Refroidir dans de la neige carbonique pendant environ 2 min.

Entailler le tube à charbon actif contenant l'échantillon dans la première zone (la plus grande) du charbon actif et ouvrir le tube en le brisant. Retirer et jeter la laine de verre. Ouvrir la fiole, transférer le charbon actif de la première zone en utilisant cette fiole et boucher celle-ci. Répéter l'opération pour la deuxième zone en utilisant une fiole différente. Laisser le contenu désorber pendant 30 min en le brassant de temps en temps.

Injecter dans le chromatographe le même volume d'échantillon que celui qui a permis de préparer la courbe d'étalonnage.

Déterminer l'aire du pic de chlorure de vinyle. Se reporter à la courbe d'étalonnage et y lire la concentration en masse correspondante, en microgrammes par millilitre, de chlorure de vinyle dans l'échantillon injecté.

Si la deuxième zone contient plus de 10 % du chlorure de vinyle contenu dans la première zone, jeter l'échantillon pour défaut de fiabilité.

Analyser de la même façon le tube à blanc. Analyser une solution étalon de préparation récente (4.4) avec chaque lot d'échantillons.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul

La concentration en masse de chlorure de vinyle  $\rho(\text{VC})$ , exprimée en milligrammes par mètre cube, dans l'échantillon d'air est donnée par l'équation

$$\rho(\text{VC}) = \frac{(\rho_1 + \rho_2 - \rho_3) V_d}{D \cdot V}$$

où

$\rho_1$  est la concentration en masse de chlorure de vinyle, en microgrammes par millilitre, dans la solution préparée à partir de la première zone du tube à charbon actif;

$\rho_2$  est la concentration en masse de chlorure de vinyle, en microgrammes par millilitre, dans la solution préparée à partir de la deuxième zone du tube à charbon actif ( $\rho_2 < 0,1 \rho_1$ );

$\rho_3$  est la concentration en masse de chlorure de vinyle, en microgrammes par millilitre, dans la solution préparée à partir des deux zones du tube à blanc;

$V_d$  est le volume, en millilitres, de sulfure de carbone utilisé pour la désorption (5 ml);

$D$  est l'efficacité de désorption lue d'après la courbe  $D$ , en prenant  $(\rho_1 + \rho_2 - \rho_3) V_d$  comme masse de chlorure de vinyle trouvée (B.2.6);

$V$  est le volume, en litres, de l'échantillon d'air.

### NOTES

1 Si l'on doit exprimer la concentration en masse de chlorure de vinyle à des conditions de référence (293 K et 101,3 kPa), utiliser l'équation suivante:

$$\rho(\text{VC})_{\text{corr}} = \rho(\text{VC}) \times \frac{101,3 (t + 273)}{p \times 293}$$

où

$\rho(\text{VC})$  est la concentration en masse de chlorure de vinyle, en milligrammes par mètre cube, calculée ci-dessus;

$t$  est la température, en degrés Celsius, pendant l'échantillonnage;

$p$  est la pression atmosphérique, en kilopascals, pendant l'échantillonnage;

101,3 est la pression atmosphérique normale, en kilopascals;

273 est la température normale, en kelvins;

293 est la température, en kelvins, qui correspond à 20 °C.

2 Le titre volumique de chlorure de vinyle  $\phi(\text{VC})$ , exprimé en millilitres par mètre cube (ppm), dans l'échantillon d'air est donné par l'équation

$$\begin{aligned} \phi(\text{VC}) &= \rho(\text{VC})_{\text{corr}} \times \frac{24,0}{62,5} \\ &= \rho(\text{VC})_{\text{corr}} \times 0,384 \end{aligned}$$

où

$\rho(\text{VC})_{\text{corr}}$  est la concentration de chlorure de vinyle, en milligrammes par mètre cube, à des conditions de référence (voir 8.1, note 1);

24,0 est le volume molaire d'un gaz parfait, en litres par mole, à 20 °C et 101,3 kPa;

62,5 est la masse molaire, en grammes par mole, du chlorure de vinyle.

### 8.2 Fidélité

Des études préliminaires comparatives<sup>[1]</sup> dans la gamme de 0,2 mg/m<sup>3</sup> à 18 mg/m<sup>3</sup> ont fait apparaître une répétabilité d'environ 22 % (un coefficient de variation d'environ 8 %) et une reproductibilité d'environ 45 % calculée conformément à l'ISO 5725.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- identification complète de l'échantillon;
- référence à la présente Norme internationale;
- lieu et durée de l'échantillonnage;
- pression atmosphérique et température;
- résultats de l'essai;
- tout aspect inhabituel noté en cours d'analyse;
- toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou qui est considérée comme optionnelle.

## Annexe A (normative)

### Détermination du volume de saturation

#### A.1 Définition

Pour les besoins de la présente annexe, la définition suivante s'applique.

**volume de saturation du tube à charbon actif:** Volume d'un mélange étalon de chlorure de vinyle dans l'air que l'on peut passer dans la première zone du tube à charbon actif avant que la concentration d'élution de chlorure de vinyle atteigne 5 % de la concentration d'essai appliquée.

Le volume de saturation dépend entre autres de la concentration de chlorure de vinyle et de l'humidité relative de l'air ambiant.

#### A.2 Réactifs

Utiliser en principe soit A.2.1 soit A.2.2 en fonction de l'équipement disponible.

##### A.2.1 Concentration étalon statique de chlorure de vinyle dans l'air

Préparer des concentrations étalons statiques de chlorure de vinyle dans l'air par dilution sous pression dans des bouteilles en acier inoxydable ou par dilution à la pression atmosphérique dans des sacs de gaz.

NOTE — Ces étalons sont disponibles dans le commerce.

##### A.2.2 Concentration étalon dynamique de chlorure de vinyle dans l'air

Préparer des concentrations étalons dynamiques de chlorure de vinyle dans l'air par dilution d'un volume mesuré de chlorure de vinyle pur (4.1) et d'un volume d'air mesuré<sup>[1]</sup> ou de façon dynamique à l'aide de tubes à perméation (voir ISO 6349). Il se peut que d'autres méthodes conviennent également.

#### A.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

##### A.3.1 Tube à charbon actif, à zone unique contenant 750 mg à 800 mg de charbon (4.3) (voir 5.1).

Si l'on utilise des tubes à deux zones disponibles dans le commerce, retirer le charbon se trouvant dans la deuxième zone avant utilisation.

##### A.3.2 Débitmètre, étendue d'échelle 50 ml/min à 200 ml/min.

##### A.3.3 Détecteur à ionisation de flamme.

#### A.4 Détermination

**A.4.1** Assembler une ligne d'échantillonnage composée d'un générateur dynamique d'atmosphère normale (voir A.2.2) (par exemple une bouteille de gaz sous pression) d'environ 10 mg de chlorure de vinyle par mètre cube, du tube à charbon actif (A.3.1) contenant 750 mg à 800 mg de charbon actif, du débitmètre (A.3.2) et du détecteur (A.3.3).

Faire passer le gaz dans le système d'échantillonnage à un débit constant et connu, compris entre 50 ml/min et 200 ml/min. Noter l'heure à laquelle l'écoulement a commencé. Au moment où le chlorure de vinyle commence à émerger, le détecteur indique une réponse. Poursuivre le mesurage jusqu'à ce qu'on observe un plateau correspondant à une concentration de chlorure de vinyle de 10 mg/m<sup>3</sup> ou jusqu'à ce qu'on juge que le chlorure de vinyle est principalement ou totalement à l'origine de la réponse obtenue. Déterminer le moment auquel on a atteint 5 % de la valeur du plateau.

**A.4.2** D'habitude, le volume mort de la ligne d'échantillonnage est faible par rapport au volume de saturation. Si ceci n'est pas le cas, déterminer le volume mort en répétant l'analyse dans un tube vide placé dans la ligne d'échantillonnage et en procédant à la correction adéquate.

**A.4.3** Déterminer l'effet de l'humidité sur le volume de saturation en humidifiant le flux gazeux à environ 80 % d'humidité relative à 20 °C et en répétant l'essai décrit en A.4.1.

Humidifier le flux gazeux en diluant, avec un rapport de 1 : 4 en volume, un flux gazeux primaire de chlorure de vinyle, ayant une concentration de 50 mg/m<sup>3</sup>, dans l'air à 100 % d'humidité relative, en faisant passer cet air humide par une série de barboteurs ou de tubes à eau. Ne pas faire passer le flux gazeux de chlorure de vinyle directement dans l'eau.

NOTE — L'humidité relative prescrite (80 %) est une valeur pratique; elle n'implique pas que la méthode n'est plus valable à des taux plus élevés d'humidité, à condition toutefois que l'on reste conscient de la baisse du volume de saturation qu'entraîne une humidité élevée (voir article 6).

#### A.5 Expression des résultats

Calculer le volume de saturation en multipliant le débit, exprimé en litres par minute, par le temps écoulé, en minutes, de zéro jusqu'au moment où les 5 % de la valeur du plateau correspondant à 10 mg/m<sup>3</sup> ont été atteints.

NOTE — Les volumes de saturation pour le charbon d'écorce de noix de coco actif dépassent généralement 30 litres de volume d'échantillon par gramme de charbon de bois.

## Annexe B (normative)

### Détermination de l'efficacité de désorption

#### B.1 Définition

Pour les besoins de la présente annexe, la définition suivante s'applique.

**efficacité de désorption du tube à charbon actif:** Masse récupérée du tube divisée par la masse appliquée.

L'efficacité de désorption du chlorure de vinyle par le charbon actif peut varier selon le type et le lot de charbon actif ainsi que la concentration de vapeur adsorbée et en fonction du laboratoire. Il est donc nécessaire de déterminer, pour chaque lot de charbon actif, l'efficacité de désorption dans l'intervalle de concentration de chlorure de vinyle attendu. Deux méthodes existent à cette fin. La méthode faisant appel à des gaz pour étalonnage (article B.2) est la plus rigoureuse.

#### B.2 Détermination à l'aide de gaz pour étalonnage

##### B.2.1 Réactifs

**B.2.1.1 Concentrations étalons statiques de chlorure de vinyle dans l'air** (voir A.2.1).

**B.2.1.2 Concentrations étalons dynamiques de chlorure de vinyle dans l'air** (voir A.2.2).

##### B.2.2 Appareillage

**B.2.2.1 Pompe** (voir 5.3).

**B.2.2.2 Débitmètre étalonné.**

##### B.2.3 Mode opératoire

Déterminer l'efficacité de désorption à cinq niveaux de charge du tube dans l'intervalle 0,5 µg à 650 µg de chlorure de vinyle. Utiliser de préférence trois tubes à charbon actif pour chaque niveau de charge.

Prélever des concentrations connues de chlorure de vinyle dans l'air (voir A.2.1 et A.2.2) en mesurant le volume total de l'échantillon à l'aide du débitmètre (B.2.2.2). L'échantillon peut être introduit dans le tube à charbon actif et le débitmètre par une source sous pression ou aspiré dans le tube par la pompe étalonnée (B.2.2.1). La perte de charge maximale dans la zone de charbon actif prescrite en 5.1 doit être respectée. Le débit doit être compris entre 50 ml/min et 200 ml/min. Le volume total doit être de deux fois inférieur au volume de saturation (voir annexe A).

L'efficacité de l'échantillonnage est supposée être de 100 %.

À la fin de l'échantillonnage, débrancher le tube à charbon actif, le fermer hermétiquement à l'aide de bouchons en polyéthylène (5.2) et l'étiqueter.

Relever et consigner le volume prélevé.

##### B.2.4 Essai à blanc

Choisir l'un des tubes du lot utilisé pour l'échantillonnage et le soumettre aux mêmes manipulations que les tubes à échantillon sauf qu'on n'y admet pas d'air. L'étiqueter comme tube à blanc.

##### B.2.5 Détermination

Analyser les tubes chargés et le tube à blanc comme prescrit en 7.2.

##### B.2.6 Expression des résultats

L'efficacité de désorption  $D$  est donnée par l'équation

$$D = \frac{(\rho_4 + \rho_5 - \rho_6) V_d}{m}$$

où

$\rho_4$  est la concentration en masse de chlorure de vinyle, en microgrammes par millilitre, dans la solution préparée à partir de la première zone du tube à charbon actif;

$\rho_5$  est la concentration en masse de chlorure de vinyle, en microgrammes par millilitre, dans la solution préparée à partir de la deuxième zone du tube à charbon actif;

$\rho_6$  est la concentration en masse de chlorure de vinyle, en microgrammes par millilitre, dans la solution préparée à partir des deux zones du tube à blanc (B.2.4);

$V_d$  est le volume, en millilitres, de sulfure de carbone utilisé pour la désorption (5 ml);

$m$  est la masse, en microgrammes, de chlorure de vinyle emmagasinée dans le tube à charbon actif (B.2.3).

Tracer une courbe (courbe  $D$ ) en portant les efficacités de désorption aux cinq niveaux de charge en fonction des masses correspondantes de chlorure de vinyle  $(\rho_4 + \rho_5 - \rho_6) V_d$ .

#### B.3 Détermination à l'aide de solutions de chlorure de vinyle

NOTE — Cette méthode ne tient pas compte des conditions ambiantes lors de l'échantillonnage.