
**Air des lieux de travail — Détermination des
hydrocarbures chlorés vaporeux — Méthode
d'analyse par tube à charbon actif/désorption
des solvants/chromatographie en phase gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Workplace air — Determination of vaporous chlorinated
hydrocarbons — Charcoal tube/solvent desorption/gas chromatographic
method* [ISO 9486:1991](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d0a52454-30eb-4089-8b63-53d5a91a2565/iso-9486-1991>



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 9486 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d0a52454-30eb-4089-8b63-199100000000/iso-9486:1991>

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

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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

Air des lieux de travail — Détermination des hydrocarbures chlorés vaporeux — Méthode d'analyse par tube à charbon actif/désorption des solvants/chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'analyse par tube à charbon actif/chromatographie en phase gazeuse pour la détermination de la concentration des hydrocarbures chlorés vaporeux dans l'air des lieux de travail.

La méthode permet de mesurer les concentrations des vapeurs en suspension dans l'air des composés suivants:

- a) dichlorométhane;
- b) chloroforme;
- c) tétrachlorure de carbone;
- d) dichloro-1,1 éthane;
- e) dichloro-1,2 éthane;
- f) dichloro-1,1 éthylène;
- g) dichloro-1,2 éthylène;
- h) trichloro-1,1,1 éthane;
- i) trichloro-1,1,2 éthane;
- j) trichloroéthylène;
- k) tétrachloro-1,1,2,2 éthane;
- l) tétrachloroéthylène;
- m) dichloro-1,2 propane;

n) chlorobenzène;

o) o-dichlorobenzène.

La méthode est applicable aux concentrations des vapeurs en suspension dans l'air de ces composés situées approximativement dans la gamme comprise entre 1 mg/m^3 et 1000 mg/m^3 (environ $0,2 \text{ ml/m}^3$ à 200 ml/m^3 ; voir 8.1) lors du prélèvement de 10 litres d'air.

NOTE 1 La limite supérieure de la gamme utile est fixée par la capacité d'adsorption de la première zone du tube à charbon actif (5.1) utilisé. Cette capacité est mesurée en tant que volume de saturation, lequel ne doit pas être dépassé lors de l'échantillonnage (voir article 6 et annexe A).

La limite inférieure est fixée par un certain nombre de paramètres, dont le niveau sonore du détecteur (5.9), les concentrations à blanc dues à la contamination du tube à charbon actif et du sulfure de carbone par la substance analysée, la capacité de désorption (voir annexe B) et l'interférence du pic du solvant au cours de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse.

La méthode est également applicable au mesurage des concentrations en suspension dans l'air des mélanges de ces composés. Dans de tels cas, les propriétés uniques de chaque composé doivent être prises en compte lors de la détermination du volume d'air à prélever et des conditions d'analyse par chromatographie en phase gazeuse.

NOTE 2 Lors de l'analyse de mélanges d'hydrocarbures chlorés constitués de plusieurs composés et présentant des écarts importants au niveau des concentrations, il se peut que la reproductibilité et la répétabilité des composés secondaires soient influencées.

La méthode a été validée pour une sélection d'hydrocarbures chlorés types^[1].

Ce mode opératoire est compatible avec des appareillages de prélèvement d'échantillons individuels à faible débit, et peut être employé pour le prélèvement d'échantillons individuels ou à emplacement fixe dans le but d'obtenir des concentrations temps-moyenne pondérée de vapeurs de solvants d'hydrocarbures chlorés dans l'air. Il ne peut pas être utilisé pour mesurer des fluctuations de concentrations instantanées ou de courte durée. Pour mesurer les concentrations qui se modifient rapidement, on doit utiliser des procédés alternatifs sur site, tels que la chromatographie en phase gazeuse ou la spectrométrie à infrarouge.

Les composants organiques qui ont le même temps de rétention ou presque que la substance analysée au cours de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse produiront des interférences. Les interférences peuvent être minimisées en choisissant correctement les colonnes chromatographiques en phase gazeuse et les conditions du programme.

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 inter-laboratoires.*

ISO 6145-1:1986, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes volumétriques dynamiques — Partie 1: Méthodes d'étalonnage.*

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 rempli de charbon actif. Les vapeurs organiques sont adsorbées sur le charbon.

Les vapeurs récupérées sont désorbées en utilisant un solvant approprié et sont analysées par un chro-

matographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur à ionisation de flamme ou d'un autre type de détecteur approprié.

NOTE 3 Pour certaines applications, en particulier dans le cas d'analyses du tétrachlorure de carbone et du chloroforme, d'autres détecteurs comme le détecteur à capture d'électrons, peuvent apporter une plus grande sélectivité et sensibilité.

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 Hydrocarbures chlorés, énumérés dans l'article 1, a) à o).

AVERTISSEMENT — Le tétrachlorure de carbone et le chloroforme sont soupçonnés être des substances cancérogènes.

Éviter toute exposition par inhalation et/ou tout contact avec la peau.

4.2 Sulfure de carbone (CS₂), de qualité chromatographique, examiné préalablement pour trouver des composés coïncidant avec la substance analysée. Si nécessaire, éliminer les composés interférents en les filtrant à travers du gel de silice (séché à 180 °C pendant 8 h dans de l'azote) contenu dans une petite colonne en verre (600 mm x Ø int. 20 mm). Cette taille de colonne nettoiera environ 50 ml de sulfure de carbone.

AVERTISSEMENT — Les vapeurs de sulfure de carbone sont toxiques et très inflammables. Éviter toute exposition par inhalation et/ou tout contact avec la peau. Ne le manipuler que sous une hotte d'aspiration bien ventilée. Un extincteur au dioxyde de carbone doit être disponible en permanence.

Éliminer les petites quantités de résidus de sulfure de carbone conformément aux règlements locaux et aux pratiques courantes.

NOTE 4 On peut utiliser d'autres solvants de désorption pourvu que leurs blancs et leur capacité de désorption soient adéquats.

4.3 Charbon d'écorce de noix de coco actif, dont la grosseur des particules est comprise entre 0,4 mm et 0,8 mm. Avant de remplir les tubes, il faut chauffer le charbon dans une atmosphère inerte, par exemple de l'azote d'un haut degré de pureté à 600 °C pendant 1 h. Afin d'éviter la recontamination du charbon, il faut le maintenir dans une atmosphère propre au cours de son refroidissement jusqu'à la température ambiante, lors du stockage et du remplissage des tubes.

NOTE 5 Des tubes convenables contenant du charbon de noix de coco prétraité sont disponibles dans le commerce (voir 5.1).

4.4 Hydrocarbures chlorés, solutions étalons pour la préparation de la courbe d'étalonnage (voir 7.1).

Préparer, gravimétriquement, des solutions étalons d'hydrocarbures chlorés (4.1) et en faire des dilutions en série afin de couvrir la gamme de l'analyse. La gamme de concentrations de l'analyse doit dépasser la gamme de concentrations des échantillons désorbés (voir 7.2). À titre d'exemple, on donne ci-après un mode opératoire type pour du trichloroéthylène.

Préparer des solutions étalons dans du sulfure de carbone (4.2).

Préparer des solutions étalons de dichloro-1,2 propane dans 15 % (V/V) d'acétone dans du cyclohexane.

4.4.1 Trichloroéthylène, solution étalon à environ 50 mg/ml.

Peser précisément environ 500 mg de trichloroéthylène dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml. Diluer jusqu'au trait avec du sulfure de carbone et bien mélanger.

4.4.2 Trichloroéthylène, solution étalon à environ 5 mg/ml.

Introduire au moyen d'une pipette, dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml, 1 ml de la solution étalon (4.4.1). Diluer jusqu'au trait avec du sulfure de carbone et bien mélanger.

4.4.3 Trichloroéthylène, solution étalon à environ 500 µg/ml.

Introduire au moyen d'une pipette, dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml, 1 ml de la solution étalon (4.4.2). Diluer jusqu'au trait avec du sulfure de carbone et bien mélanger.

4.4.4 Trichloroéthylène, solution étalon à environ 50 µg/ml.

Introduire au moyen d'une pipette, dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml, 1 ml de la solution étalon (4.4.3). Diluer jusqu'au trait avec du sulfure de carbone et bien mélanger.

4.4.5 Trichloroéthylène, solution étalon à environ 5 µg/ml.

Introduire au moyen d'une pipette, dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml, 1 ml de la solution étalon (4.4.4). Diluer jusqu'au trait avec du sulfure de carbone et bien mélanger.

4.5 Trichloroéthylène, solutions témoins pour la vérification de la courbe d'étalonnage (voir 7.1).

4.5.1 Trichloroéthylène, solution témoin à environ 25 mg/ml.

Peser précisément environ 250 mg de trichloroéthylène dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml. Diluer jusqu'au trait avec du sulfure de carbone et bien mélanger.

4.5.2 Trichloroéthylène, solution témoin à environ 5 mg/ml.

Peser précisément environ 50 mg de trichloroéthylène dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml. Diluer jusqu'au trait avec du sulfure de carbone et bien mélanger.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Tube à charbon, constitué d'un tube en verre dont les deux extrémités ont été soudées hermétiquement à la flamme, de 70 mm de longueur, 6 mm de diamètre extérieur et 4 mm de diamètre intérieur, contenant deux zones de 0,4 mm à 0,8 mm de charbon actif. La zone adsorbante contient 100 mg de charbon et la zone de réserve, 50 mg. Les zones sont séparées entre elles et le contenu est maintenu en place à l'aide d'un matériau inerte, par exemple des tampons de laine de verre (de préférence revêtus de silane).

La baisse de pression à travers le tube ne doit pas dépasser 3 kPa (25 mmHg) au débit maximal recommandé pour l'échantillonnage (dans la présente Norme internationale, 200 ml/min).

Les tubes en verre doivent être maintenus dans un support protecteur convenable afin d'éviter de les casser. La capacité de désorption (*D*) de chaque série de tubes doit être vérifiée en utilisant l'une des méthodes décrites dans l'annexe B. Si la capacité de désorption est inférieure à 0,75 (75 %), on ne doit pas utiliser les tubes.

NOTES

6 Les volumes de saturation du dichlorométhane, du dichloro-1,2 éthylène et du dichloro-1,2 propane sont plus bas par rapport aux autres substances analysées. Par conséquent, lorsque ces composés sont présents, il est recommandé, pour un échantillonnage de longue durée, d'utiliser un tube plus grand contenant (400 + 200) mg de charbon.

7 Le tétrachloro-1,1,2,2 éthane et le dichloro-1,2 propane sont instables sur du charbon d'écorce de noix de coco; il convient d'utiliser du charbon à base de pétrole à la place.

Des pinces doivent être fournies pour attacher le tube à charbon et les tuyaux de raccordement sur le revers du porteur.

IMPORTANT — Aucun autre tube ne doit être placé en amont des tubes à charbon, car ceci peut interférer avec l'échantillonnage et/ou l'analyse.

NOTES

8 Au lieu d'un tube à deux zones, disponible dans le commerce, on peut utiliser en série deux tubes à une seule zone. L'avantage de cet aménagement, c'est qu'il n'est plus nécessaire de stocker les tubes à des températures en dessous de la température ambiante après l'échantillonnage, afin d'empêcher la migration des composés emprisonnés d'une zone à l'autre.

9 Des tubes répondant à ces exigences sont disponibles dans le commerce, mais ils peuvent aussi être préparés par l'utilisateur.

5.2 Bouchons en polyéthylène, pour obturer les tubes à charbon (5.1). Les bouchons doivent affleurer les tubes pour éviter toute fuite.

5.3 Pompe, avec débit réglable, capable d'être portée par une personne pendant qu'elle travaille normalement, et capable de fonctionner en continu pendant 8 h au débit utilisé (voir article 6). Le volume d'air prélevé par la pompe lors de la période d'échantillonnage recommandée doit se situer en deçà de 10 % du volume calculé. Le débit doit être constant à 5 % près sur la période d'échantillonnage.

Étalonner la pompe avec un tube à charbon représentatif (5.1) en ligne, en utilisant le compteur à bulles de savon (5.5).

La pompe doit être conforme aux règlements de sécurité locaux.

5.4 Tuyaux en plastique ou en caoutchouc, d'environ 90 cm de longueur et d'un diamètre approprié pour assurer une fermeture étanche au niveau de la pompe et du tube pour échantillons ou du support de tube si l'on en utilise un.

5.5 Compteur à bulles de savon, ou autre dispositif convenable pour l'étalonnage de la pompe (5.3), d'au moins 100 ml de capacité.

NOTE 10 Il se peut qu'un compteur à bulles de savon ne soit pas approprié pour des pompes à pistons plongeurs, à savoir: celles avec un débit non constant.

5.6 Seringue, de 10 µl de capacité, graduée en 0,1 µl.

5.7 Seringue, de 50 µl de capacité, graduée en 0,1 µl.

5.8 Flacons, équipés de bouchons à septum revêtus de polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou de bouchons en verre, de 2 ml de capacité nominale ou plus grands.

5.9 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme capable de détecter 5 ng de trichloroéthylène avec un rapport signal/bruit d'au moins 5 à 1.

NOTE 11 Il convient d'utiliser un détecteur à capture d'électrons pour l'analyse du chloroforme et du tétrachlorure de carbone en présence de grandes quantités d'autres hydrocarbures chlorés.

5.10 Colonne de chromatographie en phase gazeuse, capable de séparer la substance analysée des autres constituants.

La convenance de la colonne doit être vérifiée en effectuant un essai avec deux ou plusieurs colonnes de remplissages différents afin de s'assurer de l'absence d'interférences. L'annexe C donne des conseils sur le choix de la colonne.

6 Échantillonnage

Relier la pompe (5.3) au tube à charbon (5.1) dont les extrémités ont été brisées avec les tuyaux en plastique ou en caoutchouc (5.4), en plaçant la zone de réserve juste à côté de la pompe.

Lorsqu'on soupçonne une humidité relative importante ou de fortes concentrations d'autres interférences, utiliser un tube à charbon plus grand (400 mg ou 800 mg avec une zone de réserve de 200 mg).

Lorsqu'on utilise un deuxième tube à charbon en série, s'assurer que le débit a été réglé avec un jeu de tubes en tandem représentatif.

Lorsqu'on utilise le tube pour des prélèvements d'échantillons individuels, celui-ci doit être monté verticalement (afin de minimiser la formation de canaux) dans la zone de respiration du porteur, par exemple sur son revers. Fixer la pompe sur le porteur de manière à ne pas le gêner. Pour les prélèvements d'échantillons à emplacement fixe, choisir un site d'échantillonnage approprié.

Mettre la pompe en route et régler le débit de façon à prélever le volume d'air optimal dans le temps disponible. Dans le tableau 1 figurent les volumes d'air recommandés à prélever pour les divers hydrocarbures chlorés couverts par la présente Norme internationale et les cadences d'échantillonnage équivalentes à 8 h.

Tableau 1 — Importance de l'échantillon et cadence d'échantillonnage

Substance analysée	Données sur le volume de saturation			Échantillon optimal		Référence bibliographique (annexe D)
	Concentration mg/m ³	Humidité relative (RH) %	Volume litres	Volume litres	Cadence 8 h ml/min	
Dichlorométhane	6 727	faible	3,5	2	1)	[3]
	1 400	faible	27	10	20	2)
	1 400	forte	12	10	20	2)
Chloroforme	485	faible	> 46	15	30	[3]
Tétrachlorure de carbone	322	faible	> 45	15	30	[3]
Dichloro-1,1 éthane	838	faible	18	10	20	[3]
Dichloro-1,2 éthane	821	faible	29	10	20	[3]
Dichloro-1,1 éthylène	114	17	56	—	—	[4]
	114	95	3,7	—	—	[4]
	20	10	96	—	—	[4]
	10	85	7,2	—	—	[4]
	—	—	—	7	14	[3]
Dichloro-1,2 éthylène	1 913	faible	5,4	3	1)	[3]
	—	—	—	12	25	2)
Trichloro-1,1,1 éthane	3 979	faible	9,5	6	12	[3]
Trichloro-1,1,2 éthane	108	faible	> 45	10	20	[3]
Trichloroéthylène	2 266	faible	18,5	10	20	[3]
Tétrachloro-1,1,2,2 éthane ³⁾	101	faible	> 44	10	20	[3]
Tétrachloro-éthylène	2 749	faible	21	10	20	[3]
Dichloro-1,2 propane ⁴⁾	85	90	20	4	1)	[3]
	865	90	6	4	1)	[3]
	—	—	—	14	30	2)
Chlorobenzène	704	faible	> 45	10	20	[3]
o-Dichlorobenzène	655	faible	> 46	10	20	[3]

NOTE — Sauf indication contraire, les données se rapportent à du charbon d'écorce de noix de coco (100 + 50) mg.

- 1) Les cadences d'échantillonnage au-dessous de 10 ml/min ne sont pas recommandées.
- 2) Tube à charbon (400 + 200) mg.
- 3) NIOSH recommande du charbon à base de pétrole.
- 4) NIOSH recommande du charbon à base de pétrole; solvant de désorption 15 % (V/V) d'acétone dans du cyclohexane.

NOTE 12 Pour un échantillonnage sur des périodes plus courtes, le débit peut être augmenté en proportion, sans toutefois dépasser 200 ml/min. Ainsi, dans tous les cas, un échantillonnage de 10 min peut-il être réalisé à 200 ml/min sur un tube de (100 + 50) mg.

Relever et consigner l'heure, la température, le débit (ou noter le volume, le cas échéant) et la pression barométrique lorsque la pompe a été mise en route.

NOTES

13 Pourvu que la capacité de prélèvement du charbon ne soit pas dépassée, l'efficacité d'échantillonnage sera de 100 %. Si l'on dépasse cette capacité, une saturation de vapeurs aura lieu de la première zone à la zone de réserve. Le volume de saturation est défini et peut être déterminé comme prescrit dans l'annexe A.

Le volume de saturation varie selon la température ambiante de l'air, l'humidité relative, la concentration des vapeurs prélevées et d'autres contaminants et selon le débit de prélèvement. Toute augmentation de l'un quel-

conque de ces paramètres provoque une diminution du volume de saturation. Quelques volumes de saturation types, qui varient également en fonction du type de substance analysée, figurent dans le tableau 1.

14 Pour prélever des volumes plus substantiels, on peut utiliser des tubes contenant des quantités de charbon plus importantes. Ceux-ci sont recommandés pour des prélèvements de longue durée de dichlorométhane, de dichloro-1,2 éthylène et de dichloro-1,2 propane.

15 En présence de dichloro-1,2 propane et de tétrachloro-1,1,2,2 éthane, il y a lieu de prélever deux échantillons. Avec l'un des échantillons, il est de règle d'utiliser du charbon à base de pétrole au lieu de charbon d'écorce de noix de coco (voir également 5.1, note 7).

À la fin de la période d'échantillonnage, relever et consigner le débit (ou noter le volume), couper la pompe et relever et consigner l'heure, la température et la pression barométrique.

Déconnecter le tube ayant servi pour prélever les échantillons et fermer hermétiquement les deux extrémités avec des bouchons en polyéthylène (5.2). Mettre des étiquettes de repérage sur chaque tube.

Si les échantillons ne doivent pas être analysés dans les 8 h suivant leur prélèvement, les stocker dans un récipient en métal ou en verre fermé hermétiquement, placé soit dans de la glace sèche, soit dans le freezer d'un réfrigérateur maintenu à -20°C afin de minimiser la migration de la substance analysée.

NOTES

16 Si l'on utilise deux tubes à charbon à une seule zone en série, il convient de les fermer hermétiquement séparément, et il n'est pas nécessaire de les congeler avant de procéder à l'analyse.

17 On dispose des résultats d'un essai sur la relative diminution de la concentration de trois composés après un séjour au freezer dans une humidité relative de 90 %. Pour un mélange de 560 mg de trichloroéthylène par mètre cube, 680 mg de tétrachloroéthylène par mètre cube et 3970 mg de trichloro-1,1,1 éthane par mètre cube, on a observé une diminution de la concentration relative de, respectivement,

4,1 %, 5,7 % et 5,0 % après 7 jours;

4,4 %, 5,0 % et 6,4 % après 14 jours;

8,3 %, 8,6 % et 9,5 % après 21 jours.

Préparer des échantillons à blanc en utilisant des tubes identiques à ceux utilisés pour l'échantillonnage et en les soumettant à la même procédure de manipulation que pour les tubes ayant servi pour l'échantillonnage, sauf pour le passage de l'air. Les étiqueter comme échantillons à blanc.

7 Mode opératoire

7.1 Étalonnage

Analyser chaque solution étalon (4.4) trois fois par chromatographie en phase gazeuse pour déceler la substance analysée.

Introduire, de façon reproductible, dans la gamme de $1\ \mu\text{l}$ à $5\ \mu\text{l}$, une partie aliquote connue de la solution étalon dans le chromatographe en phase gazeuse (5.9). Le volume de la partie aliquote doit être le même pour chaque couple échantillon/étalon.

En cas de surcharge du système chromatographique, utiliser des volumes d'échantillon plus petits. Dans ce cas, la limite inférieure de détection est augmentée en conséquence.

Préparer une courbe d'étalonnage en portant sur un graphique les aires des pics de la substance analysée, corrigées des valeurs du blanc (sulfure de carbone) en fonction des concentrations des solutions étalons de la substance analysée, en microgrammes par millilitre.

Vérifier la courbe d'étalonnage en analysant les solutions témoins (4.5.1 et 4.5.2). Si la différence est supérieure à 5 %, procéder à un nouvel étalonnage.

7.2 Détermination

Introduire au moyen d'une pipette 1,0 ml du solvant de désorption (sulfure de carbone) (4.2) dans un flacon équipé d'un bouchon à septum (5.8) et l'obturer immédiatement. Limer le tube à charbon contenant l'échantillon dans la première zone (la zone la plus grande) et ouvrir le tube en le cassant. Enlever les tampons de laine de verre et les jeter. Ouvrir le flacon et transférer la première zone de charbon dans le sulfure de carbone se trouvant dans le flacon et refermer ce dernier. Agiter le flacon de temps en temps sur une période de 30 min afin d'assurer une désorption maximale. Répéter les mêmes opérations pour la deuxième zone, zone de réserve, avec un flacon différent.

NOTES

18 Lorsqu'on utilise des tubes contenant plus de $(100 + 50)$ mg de charbon, il y a lieu d'utiliser, au prorata, un volume plus important de sulfure de carbone et un récipient de désorption plus grand (par exemple, pour 400 mg de charbon, désorber avec 4 ml de sulfure de carbone).

19 Pour du dichloro-1,2 propane, on recommande 15 % (V/V) d'acétone dans du cyclohexane comme solvant de désorption. Pour tous les autres hydrocarbures chlorés, il convient d'utiliser du sulfure de carbone comme solvant de désorption.

Dans le chromatographe en phase gazeuse, injecter le même volume de l'échantillon que celui utilisé

dans la préparation de la courbe d'étalonnage. Déterminer l'aire du pic de la substance analysée. Sur la courbe d'étalonnage, lire la concentration en masse correspondante, en microgrammes par millilitre, de la substance analysée dans l'échantillon injecté.

Si la seconde zone contient plus de 10 % de la substance analysée par rapport à la première zone, considérer l'échantillon comme peu fiable et le détruire.

Analyser le tube à blanc de la même manière. Analyser une solution étalon récemment préparée avec chaque lot d'échantillons.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

Calculer la concentration en masse de la substance analysée dans l'échantillon d'air, $\varrho(A)$, en milligrammes par mètre cube, à l'aide de l'équation

$$\varrho(A) = \frac{(\varrho_1 + \varrho_2 - \varrho_3)V_d}{D \cdot V}$$

où

ϱ_1 est la concentration en masse de la substance analysée, en microgrammes par millilitre, dans la solution préparée à partir du contenu de la première zone du tube à charbon;

ϱ_2 est la concentration en masse de la substance analysée, en microgrammes par millilitre, dans la solution préparée à partir du contenu de la seconde zone (zone de réserve) du tube à charbon;

ϱ_3 est la concentration en masse de la substance analysée, en microgrammes par millilitre, dans la solution préparée à partir du contenu des deux zones du blanc;

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

V_d est le volume, en millilitres, de sulfure de carbone utilisé pour la désorption;

D est la capacité de désorption relevée sur la courbe D , en prenant $(\varrho_1 + \varrho_2 - \varrho_3)V_d$ comme étant la masse de substance analysée décelée (voir annexe B, B.2.6).

NOTES

20 Si la concentration de la substance analysée est à exprimer dans des conditions de référence (293 K et 101,3 kPa), il convient d'utiliser l'équation suivante:

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

où

$\varrho(A)$ est la concentration de la substance analysée, en milligrammes par mètre cube, calculée ci-dessus;

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

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

101,3 est la pression de référence, en kilopascals;

273 est la température de référence, en kelvins;

293 est l'équivalent, en kelvins, d'une température de 20 °C.

21 La fraction volumique de la substance analysée dans l'échantillon d'air, $\phi(A)$, en millilitres par mètre cube (ppm), est donnée par l'équation

$$\phi(A) = \varrho(A)_{\text{corr}} \times \frac{24,0}{M}$$

où

$\varrho(A)_{\text{corr}}$ a la même signification que dans la note 20;

M est la masse molaire, en grammes par mole, de la substance analysée;

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

8.2 Fidélité

Un essai, effectué en collaboration avec un laboratoire indépendant^[1] utilisant une méthode, issue d'un avant-projet sur lequel la présente Norme internationale est fondée, a montré que l'écart-type relatif, excluant les constituants de variances interlaboratoires et journalières, était de l'ordre de 15 % et, incluant ces constituants, était de l'ordre de 25 %. Lorsqu'elle était calculée en conformité avec l'ISO 5725, la répétabilité était donc de l'ordre de 15 % et la reproductibilité, de l'ordre de 25 %.

NOTE 22 Un essai, effectué en collaboration avec un laboratoire indépendant^[2] utilisant le procédé NIOSH^[3], qui ressemble beaucoup à celui décrit dans la présente Norme internationale, et qui comportait du chloroforme, du tétrachlorure de carbone, du dichloro-1,2 éthane et du trichloroéthylène, a montré que l'écart-type relatif, incluant les constituants de variances interlaboratoires et journalières, était de l'ordre de 13 % dans des conditions où l'erreur d'échantillonnage (pompe) était de l'ordre de 9 %. L'écart-type relatif était moins bon pour les mélan-

ges de solvants et à des faibles concentrations (5 % de la norme OSHA¹⁾).

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) lieu et durée de prélèvement de l'échantillon;
- d) pression barométrique et température;
- e) capacité de désorption;
- f) résultat de l'essai et méthode d'expression utilisée;
- g) mention de caractéristiques inhabituelles constatées lors de la détermination;
- h) toute autre information relative à la méthode.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9486:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d0a52454-30eb-4089-8b63-53d5a91a2565/iso-9486-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d0a52454-30eb-4089-8b63-53d5a91a2565/iso-9486-1991>

1) Occupational Safety and Health Association.

Annexe A (normative)

Détermination du volume de saturation

A.1 Généralités

Le volume de saturation d'un tube à charbon est le volume d'un échantillon de vapeurs dans de l'air que l'on peut faire passer à travers la première zone du tube à charbon avant que la concentration éluante des vapeurs d'hydrocarbure chloré n'atteigne 5 % de la concentration de contrôle utilisée.

Le volume de saturation dépend, entre autres, de la concentration des vapeurs prélevées en échantillon, de l'humidité relative et de la température de l'air ambiant.

A.2 Réactifs

Atmosphères étalons dynamiques de vapeurs d'hydrocarbure chloré dans de l'air.

Préparer des atmosphères étalons dynamiques de vapeurs d'hydrocarbure chloré dans de l'air en diluant du liquide d'hydrocarbure chloré à débit étalonné avec de l'air à débit étalonné (voir ISO 6145-1) ou dynamiquement avec des tubes à perméation (voir ISO 6349).

A.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

A.3.1 Tube à charbon à une seule zone, contenant 100 mg de charbon (4.3) (voir 5.1).

A.3.2 Débitmètre, gamme 20 ml/min à 200 ml/min.

A.3.3 Détecteur à ionisation de flamme.

A.4 Détermination

A.4.1 Installer une ligne d'échantillonnage composée d'un système dynamique de génération d'atmosphères étalons (A.2) qui délivre une concentration équivalente à la limite d'exposition

actuelle de la substance analysée (par exemple 500 mg/m³ pour du trichloroéthylène), du tube à charbon (A.3.1) avec 100 mg de charbon, du débitmètre (A.3.2) et du détecteur (A.3.3).

Faire passer le gaz à travers la ligne d'échantillonnage à un débit constant déterminé entre 20 ml/min et 200 ml/min. Utiliser une valeur dans cette gamme appropriée à la cadence d'échantillonnage voulue (voir article 6). Relever l'heure du démarrage du débit.

Lorsque les vapeurs d'hydrocarbure chloré commencent à émerger, le détecteur fait apparaître une réponse. Continuer de mesurer jusqu'à ce qu'un palier correspondant à la concentration initiale soit atteint ou bien jusqu'à ce que la réponse soit déterminée comme étant provoquée principalement ou entièrement par l'hydrocarbure chloré utilisé. Déterminer également l'heure à laquelle 5 % de la valeur du palier a été atteint.

A.4.2 D'habitude, le volume mort de la ligne d'échantillonnage est faible en comparaison avec le volume de saturation. Si ce n'est pas le cas, déterminer le volume mort en répétant la détermination avec un tube vide incorporé dans la ligne d'échantillonnage et corriger les résultats en conséquence.

A.4.3 Déterminer l'effet de l'humidité sur le volume de saturation en humidifiant le flux de gaz à environ 80 % d'humidité relative et en répétant l'essai décrit en A.4.1. Humidifier le flux de gaz en diluant, dans un rapport de 1:4 en volume, un flux de gaz primaire d'hydrocarbure chloré à une concentration de 50 mg/m³, avec un flux d'air humide à 100 % d'humidité relative. L'air humide est préparé en faisant passer de l'air propre à travers une série de barboteurs ou de tubes. Ne pas faire passer le flux de gaz d'hydrocarbure chloré à travers l'eau.

NOTES

23 L'humidité relative prescrite (80 %) est une valeur pratique; elle n'implique nullement que la méthode soit non valide à des taux d'humidité relative plus importants, pourvu qu'on fasse attention aux restrictions vis-à-vis des volumes d'échantillonnage dans des conditions de forte humidité (voir article 6).