RAPPORT TECHNIQUE

ISO TR 11046

Première édition
1994-06-01

Qualité du sol — Dosage des huiles minérales — Méthode par spectrométrie à l'infrarouge et méthode par chromatographie en phase gazeuse

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Soil quality — Determination of mineral oil content — Method by infrared spectrometry and gas chromatographic method

ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378fd5b-e061-4091-9d7a-6a264cb5590a/iso-tr-11046-1994

Numéro de référence
ISO/TR 11046:1994(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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales, mais, exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

— type 1, lorsque, en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;

— type 2, lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique ou lorsque, pour toute autre raison, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat;

ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/457d0f2b-e061-4091-9d7a-0a26-4cb5590a/iso-tr-11046-1994

— type 3, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques du type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 11046, rapport technique du type 2, a été élaboré par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

Les raisons ayant motivé la décision de publier le présent document sous la forme d'un Rapport technique de type 2 sont indiqués ci-après.

© ISO 1994
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

En raison du fort impact des hydrocarbures chlorofluorés dans l'environnement, il convient de ne pas utiliser ces composants dans une norme internationale. Cependant, à l'heure actuelle, aucune alternative à l'agent d'extraction utilisé dans les modes opératoires spécifiés n'est disponible. Il a, de ce fait, été décidé de conserver ces hydrocarbures chlorofluorés tant qu'aucune alternative applicable à l'analyse de routine n'a été définie et de publier ce document en tant que Rapport technique.

Tous les participants à des travaux dans le domaine de l'analyse des hydrocarbures sont encouragés à rechercher d'autres solvants ou méthodes.

Les annexes A, B et C du présent Rapport technique sont données uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378fd5b-e061-4091-9d7a-6a264cb5590a/iso-tr-11046-1994

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378fd5b-e061-4091-9d7a-6a264cb5590a/iso-tr-11046-1994

Qualité du sol — Dosage des huiles minérales — Méthode par spectrométrie à l'infrarouge et méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

Le présent Rapport technique indique deux méthodes de dosage quantitatif des huiles minérales dans le sol: par spectrométrie à l'infrarouge (méthode A) et par chromatographie en phase gazeuse (méthode B).

La méthode A est applicable au dosage des huiles minérales au-dessus de 20 mg/kg de matière sèche.
La méthode B est applicable au dosage des huiles minérales au-dessus de 100 mg/kg de matière sèche.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378b5b-6061-4091-9d7a-6a2c4cb5590a/iso-tr-11046-1994

NOTES

1 On insiste sur le fait que les méthodes décrites ne déterminent pas l'origine des substances considérées comme des «huiles minérales» selon l'article 4.

2 La méthode par spectrométrie à l'infrarouge est particulièrement sensible à de faux résultats positifs provoqués par des composés polaires.

3 Avec la méthode par spectrométrie à l'infrarouge, le domaine d'ébullition des composants déterminés comme étant des huiles minérales n'est pas défini. Avec la méthode par chromatographie en phase gazeuse, les composés du domaine d'ébullition allant de 175 °C à 525 °C sont déterminés (*n*-alkanes $C_{10}H_{22}$ à $C_{40}H_{82}$). Les essences ne peuvent être déterminées de manière quantitative à l'aide de ces méthodes, en raison de la perte de composés volatiles au cours du pré-traitement de l'échantillon.

4 Les composés polaires faibles, d'origine biogène récente, peuvent être déterminés comme étant des huiles minérales.

5 Des composés polaires à teneur relativement élevée sont une source d'interférences au niveau de la détermination. C'est en particulier le cas avec la méthode par spectrométrie à l'infrarouge.

6 Les hydrocarbures halogénés peuvent également interférer.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour le présent Rapport technique. 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 le présent Rapport technique 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 3924:1977, *Produits pétroliers — Détermination de la répartition dans l'intervalle de distillation — Méthode par chromatographie en phase gazeuse.*

ISO 11465:1993, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique (Publiée actuellement en anglais seulement).*

3 Définition

Pour les besoins du présent Rapport technique, la définition suivante s'applique.

3.1 huile minérale: Ensemble de composés extractibles du sol par l'utilisation de 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane, à condition que

— ils ne s'adsorbent pas sur le silicate de magnésium ou l'oxyde d'aluminium;

— ils absorbent les rayonnements avec une constante de longueur d'onde de 2 925 cm^{-1}, et/ou 2 958 cm^{-1}, et/ou 3 030 cm^{-1} (méthode A);

— ils puissent être chromatographiés avec des temps de rétention situés entre ceux du *n*-décane ($C_{10}H_{22}$) et du *n*-tétracontane ($C_{40}H_{82}$) (méthode B).

NOTE 7 Les substances définies ci-dessus sont principalement des composés non polaires comprenant des groupes aliphatiques et/ou des groupes C-H.

4 Principe

Le sol humide d'un terrain est séché chimiquement avec un sel hygroscopique et écrasé puis extrait à l'aide de 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane. Les composés polaires sont retirés soit par adjonction de silicate de magnésium et par mélange, soit dans un système en circuit fermé contenant de l'oxyde d'aluminium.

Le spectre d'absorption infrarouge (méthode A) de l'extrait est enregistré de 3 125 cm^{-1} à 2 800 cm^{-1}. La bande d'absorption de CH_2 à environ 2 958 cm^{-1}, ainsi que la bande d'absorption de CH_3 à environ 2 958 cm^{-1} et la bande d'absorption de CH aromatique à environ 3 030 cm^{-1} sont une mesure de la teneur en huiles minérales. La teneur en huiles minérales de l'échantillon est calculée à partir des absorbances déterminées par l'utilisation de coefficients d'absorption définis empiriquement.

Dans le cas d'un dosage quantitatif des huiles minérales (méthode B), une partie de l'extrait purifié est transférée dans l'hexane puis analysée par chromatographie en phase gazeuse. Pour la séparation, une colonne avec phase stationnaire non polaire est utilisée.

Pour la détection, un détecteur à ionisation de flamme (FID) est utilisé. L'aire totale à l'intérieur des pics du décane ($C_{10}H_{22}$) au *n*-tétracontane ($C_{40}H_{82}$) est une mesure de la quantité d'huile minérale. La teneur en huiles minérales de l'échantillon est calculée à l'aide d'un étalon externe établi à partir d'une huile normalisée.

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et correspondre à leur objectif spécifique.

5.1 Réactifs utilisés pour les méthodes A et B

5.1.1 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane, ($C_2Cl_3F_3$)

Il convient de vérifier son adéquation pour une utilisation en spectroscopie infrarouge par enregistrement d'un spectre infrarouge, de 3 125 à 2 800 cm^{-1}, dans une cuve à trajet optique de 4,00 cm, avec une cuve identique comme référence. Le solvant convient lorsque le facteur de transmission, dans la plage de 3 000 à 2 900 cm^{-1}, est supérieur à environ 30 %.

NOTE 8 Ce solvant sera référencé dans le présent Rapport technique en tant que «CFE».

5.1.2 Silicate de magnésium, de granulométrie comprise entre 150 µm et 250 µm (n° de tamis 60 à 100), chauffé pendant 16 h à 140 °C et stocké dans un dessiccateur.

NOTES

9 Il s'avère que le silicate de magnésium de la marque «Florisil»[1] convient. Élaboré à partir de diatomée, il se compose principalement de silicate de magnésium anhydre.

10 L'épaisseur de la couche de silicate de magnésium en cours de chauffage ne doit pas dépasser 0,5 cm.

11 L'aptitude à l'emploi du silicate de magnésium est vérifiée par adjonction de 1,0 g à 40 ml de solution d'acide laurique (5.1.3), mélangé ensuite pendant 30 min à l'aide d'un agitateur (6.1.3). Après décantation et mesure, le facteur de transmission de la plage 3 030 cm^{-1} à 2 925 cm^{-1} doit être de 35 % à 45 % en utilisant des cuves à parcours optique de 1,00 cm^{-1}.

5.1.3 Solution d'acide laurique

Dissoudre 2,00 g d'acide *n*-dodécanoïque ($C_{12}H_{24}O_2$) dans du «CFE» (5.1.1).

5.1.4 Solution mère normalisée interne

Dissoudre exactement 200 mg de *n*-tétracontane dans 1 l de «CFE» (5.1.1). Diluer la solution 10 fois pour obtenir une concentration de 20,0 mg/l.

5.1.5 Oxyde d'aluminium, (Al_2O_3), d'activité I de base ou neutre, granulométrie 63 µm à 200 µm (n° de tamis 70 à 230).

NOTE 12 L'aptitude à l'emploi de l'oxyde d'aluminium est vérifiée en passant 400 ml d'une solution d'acide

1) Florisil est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent Rapport technique et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai) ISO/TR 11046:1994 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378f5b-061-409b-9d7-8d264ec5590a/iso-tr-11046-1994

laurique sur la colonne d'oxyde d'aluminium. Le facteur de transmission du produit élué, dans la plage de 3 030 cm^{-1} à 2 925 cm^{-1}, doit être de 35 % à 45 % en utilisant des cuves à parcours optique de 1,00 cm.

5.1.6 Sulfate de sodium anhydre, chauffé pendant au moins 2 h à 550 °C.

5.2 Réactifs utilisés pour la méthode A

5.2.1 *n*-hexadécane, ($C_{16}H_{34}$)

Dissoudre 180 mg de *n*-hexadécane dans 1 000 ml de «CFE» (5.1.1).

5.3 Réactifs utilisés pour la méthode B

5.3.1 *n*-Hexane.

5.3.2 Étalon *n*-alcane.

Il s'agit soit

a) d'un mélange certifié en quantités équivalentes au niveau de la masse des *n*–alcanes avec des nombres pairs de carbone allant de C_{10} à C_{40}, dissout dans du *n*-hexane (5.3.1), avec une teneur de 50 mg/l en chaque *n*-alcane,

soit

b) d'un étalon *n*-alcane conforme à l'ISO 3924.

NOTE 13 Cet étalon est utilisé pour vérifier l'adéquation du système chromatographique en phase gazeuse, pour la séparation aussi bien que pour la réponse.

5.3.3 Étalon d'huile minérale.

Mélange, en quantités équivalentes en masse, de deux différents types d'huiles minérales, dissoutes dans le *n*-hexane, la teneur en huile minérale étant de 8,00 g/l et la teneur C_{40} exactement de 20,0 mg/l.

NOTE 14 L'étalon sur les huiles minérales doit comporter deux types d'huile différents. Le premier type doit normalement faire apparaître des pics résolus dans le chromatogramme en phase gazeuse, comme dans l'exemple de l'annexe A, figure A.1 a) (partie gauche du chromatogramme). Le second type doit comporter un domaine d'ébullition supérieur au premier et présenter une «enveloppe» dans le chromatogramme en phase gazeuse, comme dans l'exemple de l'annexe A figure A.1 a) (partie droite du chromatogramme). Une huile lubrifiante sans additif est un exemple d'huile de ce type.

6 Appareillage

6.1 Généralités

Verrerie courante de laboratoire.

Toute la verrerie doit être lavée et rincée au «CFE» (5.1.1), puis séchée avant utilisation.

6.1.1 Fioles en verre pour échantillons, d'un volume au moins égal à 0,5 litre, avec couvercle vissé, revêtu intérieurement de polytétrafluoréthylène (PTFE).

6.1.2 Broyeur.

6.1.3 Agitateur, à mouvement horizontal allant jusqu'à 200 déplacements par minute.

6.1.4 Filtres en fibre de verre, d'un diamètre de 60 mm, chauffés pendant 3 h à 500 °C.

6.1.5 Extracteur Soxhlet, de capacité 150 ml.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1.6 Colonne chromatographique, en circuit fermé, conforme à la figure 1.

ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378fd5b-e061-409T-9d7a-6a264cb5590a/iso-tr-11046-1994

6.2 Appareillage utilisé pour la méthode A

6.2.1 Cuves optiques de quartz, qui peuvent être fermées et convenir aux mesures en infrarouge, avec parcours optique de 1,00 cm et 4,00 cm (0,2 cm en option).

6.2.2 Spectromètre infrarouge, adapté à des applications dans une plage minimale de 3 200 cm^{-1} à 2 800 cm^{-1}.

NOTE 15 Dans l'intégralité du présent Rapport technique, la technique de prise d'un spectre infrarouge est décrite pour des spectromètres conventionnels à double faisceau dispersif. Cependant, il est également envisageable d'utiliser des spectromètres infrarouges à transformer de Fourier (FT-IR). Tous les modes opératoires doivent être adaptés à la technique du simple faisceau, conformément aux instructions figurant dans le manuel de fonctionnement.

6.3 Appareillage utilisé pour la méthode B

6.3.1 Bain d'eau, à une température jusqu'à 100 °C.

6.3.2 Appareil de concentration, appareil Kuderna Danish ou rotatif.

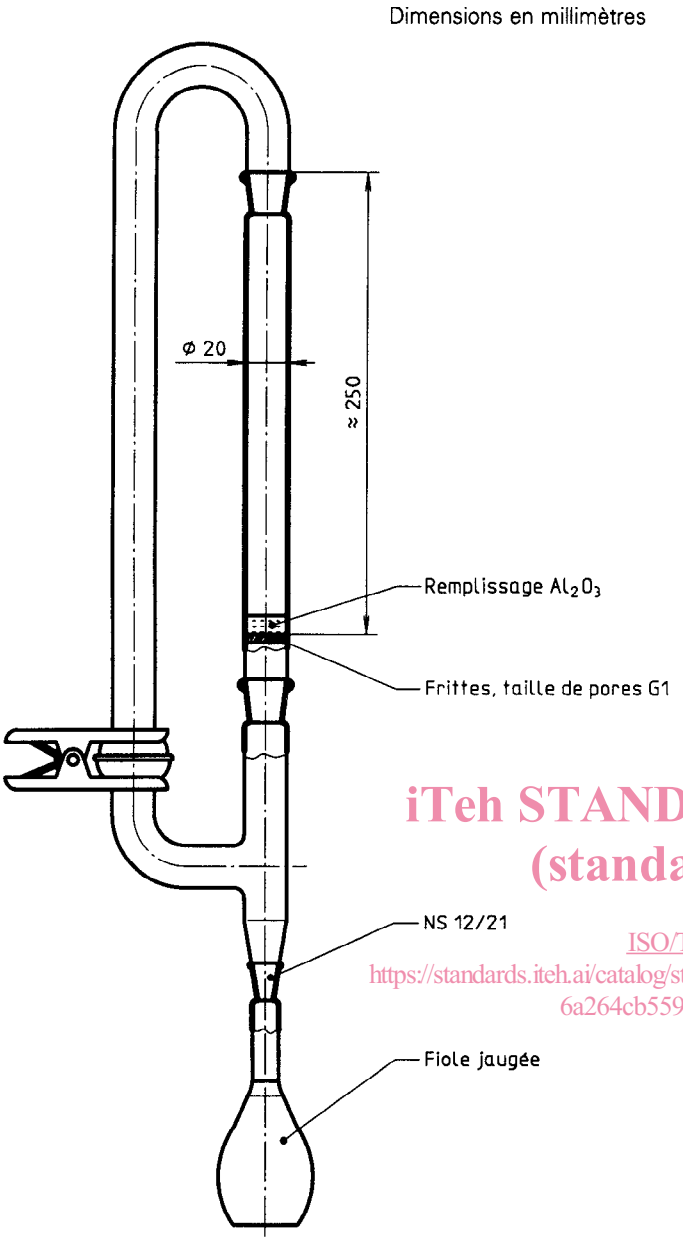

Figure 1 — Colonne chromatographique en circuit fermé

6.3.3 Chromatographe en phase gazeuse avec système à injection non discriminatoire (de préférence sur colonne ou injection ptv), détecteur à ionisation à flammes (FID) et température de four programmable.

6.3.4 Colonnes chromatographiques.

Les colonnes suivantes se sont avérées satisfaisantes:

— Colonne en verre; longueur 1 m, diamètre interne 2 mm, 3 % de polyméthylsiloxane en phase stationnaire sur support solide inactif de 125 mm à 150 mm (n° de tamis 100-120).

— Colonne en verre de silice fondue; longueur 10 m, diamètre interne 0,5 mm, polyméthylsiloxane en phase stationnaire, épaisseur de couche 1 µm.

— Colonne en verre de silice fondue; longueur 25 m, diamètre interne 0,3 mm, polyméthylsiloxane en phase stationnaire, épaisseur de couche 0,4 µm.

6.3.5 Système de données, capable d'intégrer l'aire totale du chromatogramme et, de préférence, de compenser le «bleeding» et la réintégration de la colonne après avoir défini une nouvelle ligne de base.

7 Échantillonnage, conservation d'échantillon et prétraitement

L'échantillonnage doit être effectué après coordination avec le laboratoire d'analyses.

Conserver les échantillons à l'abri de la lumière à une température de 4 °C pendant une semaine maximum.

Sécher et écraser l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378fd5b-e061-4091-9d7a-6a264cb5590a/iso-tr-11046-1994

8 Mode opératoire

8.1 Dosage à blanc

Avant de procéder au dosage des échantillons, effectuer un essai à blanc conformément à 8.2 et 8.3, en utilisant tous les réactifs en quantités identiques, mais sans échantillon.

8.2 Extraction

8.2.1 Technique d'agitation

Placer 15 g d'un échantillon séché et broyé dans une fiole conique d'un volume de 100 ml; ajouter 20,0 ml de «CFE» (5.1.1) puis fermer la fiole. Placer la fiole sur l'agitateur (6.1.3) et agiter pendant 30 min. Ajouter 1,00 ml d'une solution étalon interne (5.1.4). L'agitation doit être effectuée jusqu'à ce qu'une dispersion complète du «CFE» se produise dans tout l'échantillon.

NOTES

16 L'expérience a prouvé que 150 agitations par minute étaient suffisantes pour une longueur de déplacement de 7 cm.

17 Une solution étalon interne est utilisée uniquement pour la méthode par chromatographie en phase gazeuse. La concentration est tellement basse qu'elle n'interfère pas avec la méthode par spectrométrie à l'infrarouge.

Permettre à la phase solide de se stabiliser et filtrer le «CFE» surnageant sur un filtre en fibre de verre dans une fiole conique de 100 ml.

Ajouter à nouveau 20,0 ml de «CFE» et renouveler la technique d'extraction décrite ci-dessus. Rincer le filtre en fibre de verre avec environ 5 ml de «CFE». Ajouter 1,00 ml de solution étalon interne (5.1.4).

8.2.2 Mode opératoire Soxhlet

Peser 30 g d'un échantillon séché et broyé dans une cartouche préextraite. Placer la cartouche dans un extracteur Soxhlet (6.1.5). Fixer l'échantillon à l'intérieur de la cartouche avec de la laine de verre préextraite.

Placer une fiole d'un volume de 250 ml en-dessous de l'extracteur Soxhlet.

Choisir la quantité de solvant appliqué, de manière à garantir que le fond de la fiole ne s'asséchera pas.

L'extraction doit durer environ 5 h. Concentrer l'extrait de «CFE» à l'aide d'un appareil conformément à 6.3.2, à un volume de 50 ml. Ajouter 1,00 ml de solution étalon interne (5.1.4).

NOTES

18 Si le temps d'extraction dure trop longtemps (par exemple toute la nuit), la matière organique qui existe naturellement sera extraite et de faux résultats positifs pourront être obtenus.

19 La réduction de volume de l'extrait à l'aide d'un évaporateur doit être effectuée sous vide contrôlé. La température du bain d'eau ne doit pas dépasser 40 °C. Pour ce mode opératoire, les récupérations doivent être vérifiées à l'aide de quantités connues de composées étalons sur l'ensemble du domaine d'ébullition.

8.3 Nettoyage

8.3.1 Nettoyage au silicate de magnésium

Ajouter 5 g de silicate de magnésium (5.1.2) à l'extrait combiné préparé en 8.2.1. Fermer la fiole conique et agiter pendant 30 min sur l'agitateur. Filtrer l'extrait purifié à travers un filtre en fibre de verre (6.1.4) dans un récipient d'un volume de 50 ml. Rincer le récipient conique et le filtre avec du «CFE» (5.1.1). Remplir jusqu'à la marque et mélanger, s'il convient d'utiliser une spectrométrie à l'infrarouge pour la quantification.

8.3.2 Nettoyage à l'oxyde d'aluminium

Ajouter à l'extrait préparé en 8.2.2, du «CFE» (5.1.1) jusqu'à la marque, fermer la fiole et mélanger. Préparer une colonne chromatographique (6.1.6) avec 8 g d'oxyde d'aluminium (5.1.5) et transférer l'extrait dans ce système en circuit fermé. L'extrait est transféré dans la colonne préparée à la pression atmosphérique.

NOTE 20 Il peut s'avérer nécessaire de renouveler le nettoyage. Dans tous les cas où l'on ne peut exclure l'interférence de non hydrocarbures, il convient de vérifier l'extrait en procédant à un enregistrement complet du spectre IR (en principe, la présence de composés polaires est indiquée par l'apparition de bandes C=O et O-H). S'il est impossible de retirer les composés qui interfèrent, la spectrométrie à l'infrarouge ne peut être utilisée pour quantifier de façon fiable la teneur en huiles minérales (faux résultat positif).

8.4 Méthode A: Dosage par spectrométrie à l'infrarouge

8.4.1 Préparation

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378fd5b-e061-4091-8d7a-6a264cb5590a/iso-tr-11046-1994

S'assurer que le spectromètre infrarouge (6.2.2) fonctionne correctement, suivant les instructions du manuel de l'instrument.

Déterminer le coefficient de transmission à 100 % comme suit:

Remplir deux cellules identiques (6.2.1) de «CFE» (5.1.1) traité conformément à 8.3 et placer lesdites cuves dans les faisceaux de référence et d'échantillon, respectivement, du spectromètre infrarouge. Régler le spectromètre au coefficient de transmission 100 % à 3 125 cm^{-1} et enregistrer le spectre de 3 125 cm^{-1} à 2 800 cm^{-1}. Déterminer si le coefficient de transmission de ce domaine est à 100 % $\pm$ 1 %.

NOTE 21 Des écarts supérieurs à 1 % peuvent être provoqués par des cuves contaminées et/ou un spectromètre au fonctionnement défectueux. Renouveler la mesure du coefficient de transmission sans les cuves peut donner une réponse décisive.

Vérifier la précision des mesures d'absorbance comme suit.

Remplir deux cuves (6.2.1) de parcours optique de 1,00 cm d'une solution de *n*-hexadécane (5.2.1) et «CFE», respectivement, et enregistrer le spectre de 3 125 cm^{-1} à 2 800 cm^{-1}. Déterminer les absorbances aux maximums d'environ 2 925 cm^{-1} et environ 2 958 cm^{-1} et calculer les deux coefficients d'absorbance. Les valeurs calculées ne doivent pas s'écarter de plus de 0,1 ml/(mg·cm) des valeurs

4,0 ml/(mg·cm) et 1,5 ml/(mg·cm) déterminées par expérience.

NOTE 22 Des écarts supérieurs à 0,1 ml peuvent être occasionnés par

— une vitesse de balayage trop élevée et/ou trop grande largeur de bande spectrale;

— des faisceaux de rayonnement non homogènes, résultat possible d'un vieillissement de la source de rayonnement, contamination du système optique et/ou endommagement de la came dans le faisceau de référence.

Renouveler la mesure à une vitesse de balayage inférieure et/ou une largeur de bande spectrale inférieure peut donner une réponse décisive.

8.4.2 Mesure

Mesurer l'absorbance de l'extrait purifié 8.3 comme suit.

Remplir une cuve (6.2.1) d'un parcours optique de 1,00 cm avec l'extrait, fermer la cuve et la placer dans le faisceau d'échantillon du spectromètre (6.2.2). Préparer environ 50 ml de «CFE» (5.1.1) d'après la même technique de nettoyage que celle utilisée pour l'extrait (8.3). Remplir de «CFE» une cuve identique, la fermer et la placer dans le faisceau de référence du spectrophotomètre. Enregistrer le spectre de 3 125 cm^{-1} à 2 800 cm^{-1}. Tracer une ligne de base dans la zone spectrale de mesure et déterminer l'absorbance à des maximums de 2 925 cm^{-1}, 2 958 cm^{-1} et 3 030 cm^{-1}, en respectant cette ligne (voir figure 2).

Si l'un des maximums donne une absorbance au-delà de 0,8, l'extrait doit être dilué. Diluer une partie aliquote de l'extrait à partir de la masse avec du «CFE» purifié (facteur diluant, DF) et enregistrer le spectre. Autrement, une cuve d'un parcours optique de 0,2 cm peut être utilisée pour le faisceau de mesure et de référence.

Si aucun des maximums ne donne une absorbance au-delà de 0,1, concentrer l'extrait à l'aide d'un appareil conformément à 6.3.2 à un volume de 4 ml à 5 ml (facteur de concentration, CF). Mesurer l'extrait concentré dans la cuve avec un parcours optique de 1,00 cm, comme décrit ci-dessus, en prenant comme référence le «CFE» qui a été concentré d'une façon identique.

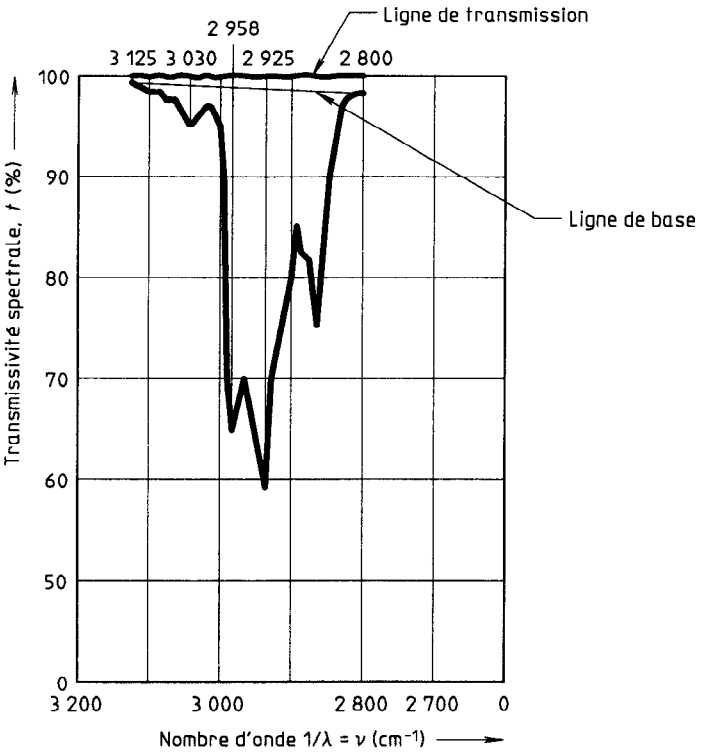

Figure 2 — Exemple de spectre infrarouge des huiles minérales dans le «CFE»

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378fd5b-e061-4091-9d7a-0a204cb5590a/iso-tr-11046-1994

NOTES

23 Ne pas régler le spectromètre à un facteur de transmission de 100 % à 3 125 cm^{-1} avant chaque nouvelle mesure d'un extrait.

24 Un facteur de transmission nettement en-dessous de 100 % à 3 125 cm^{-1} révèle la présence de composés polaires dans l'extrait.

25 Les pipettes ne conviennent pas pour mesurer le «CFE» avec précision; en raison de sa haute densité, le «CFE» s'écoulera de la pipette, même si elle est fermée en haut.

8.4.3 Calcul

Calculer la teneur en huiles minérales à l'aide de la formule suivante:

$$w_O = \frac{DF.SF.V}{CF.m.l} \times \left(\frac{a_1}{C_1} + \frac{a_2}{C_2} + \frac{a_3}{C_3} \right) \times \frac{100}{w_{dm}}$$

où

w_O est la teneur en huiles minérales, en milligrammes par kilogramme, sur la base d'une masse sèche;

CF est le facteur de concentration appliqué (CF > 1);

DF est le facteur de dilution appliqué (DF > 1);

m est la masse, en kilogrammes, du sol prétraité prélevé pour l'analyse;

V est le volume, en millilitres, de l'extrait de «CFE» (5.1.1) (= 50 ml);

SF est le facteur de surcharge résultant du prétraitement;

l est le parcours optique, en centimètres;

a_1 est l'absorbance de pic à environ 3 030 cm^{-1};

a_2 est l'absorbance de pic à environ 2 958 cm^{-1};

a_3 est l'absorbance de pic à environ 2 925 cm^{-1};

C_1 est le coefficient d'absorbance spécifique de la bande d'absorption de CH aromatique à environ 3 030 cm^{-1}, déterminé par expérience (voir [4]) à partir de différents produits d'huiles minérales (= 0,68 ml/mg·cm);

C_2 est le coefficient d'absorbance spécifique de la bande d'absorption de CH_3 à environ 2 958 cm^{-1} de pic, déterminé par expérience (voir [4]) à partir de différents produits d'huiles minérales (= 5,2 ml/mg·cm);

C_3 est le coefficient d'absorbance spécifique de la bande d'absorption de CH_2 à environ 2 925 cm^{-1} de pic, déterminé par expérience (voir [4]) à partir de différents produits d'huiles minérales (= 3,9 ml/mg·cm);

w_{dm} est la teneur en matière sèche, exprimée en pourcentage en masse.

Arrondir le résultat à un chiffre significatif lorsque la teneur déterminée est inférieure à 100 mg/kg.

Arrondir le résultat à deux chiffres significatifs lorsque la teneur déterminée est supérieure à 100 mg/kg.

Vérifier la teneur relative d'hydrocarbures aromatiques comme suit:

calculer le quotient $a_1/(a_2 + a_3)$. Si ce quotient est supérieur à 0,12, l'échantillon comporte de relativement grandes quantités d'hydrocarbures aromatiques. Ceci doit être mentionné dans le rapport d'essai.

NOTES

26 La présence d'essence ou de composés dans le goudron de houille peut être à l'origine des quantités relativement grandes d'hydrocarbures aromatiques.

27 Le quotient 0,12 a été déterminé dans un mélange d'essence, de benzène, de toluène et d'*o*-xylène, dans un rapport de 3:1:1:1 en masse.

28 Le facteur de surcharge, SF, corrige l'ajout de substances au cours du prétraitement de l'échantillon, par exemple, l'agent séchant pour séchage chimique, comme suit:

SF = masse de sol considéré en prétraitement + masse d'agent séchant ajouté/masse de sol considéré en prétraitement

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 11046:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4378fd5b-e061-4091-9d7a-6a264cb5590a/iso-tr-11046-1994

8.5 Méthode B: Dosage par chromatographie en phase gazeuse

8.5.1 Concentration de l'extrait

Peser l'extrait de «CFE» de la partie restante (mf) et la concentrer à l'aide d'un appareil, conformément à 6.3.2 jusqu'à 4 ml à 5 ml de volume. Ajouter 1,00 ml de *n*-hexane (5.3.1) et le concentrer sous un flux faible d'azote jusqu'à un volume final de 1 ml. Le concentrer d'une façon identique à celle de l'extrait à blanc (voir 8.1).

8.5.2 Vérification de la performance des instruments

Pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse, utiliser l'une des colonnes spécifiées (6.3.4). Régler le chromatographe en phase gazeuse (6.3.3) afin d'obtenir une séparation optimale. Le fond de *n*-alkane (5.3.2) doit être séparé à partir de la base. La réponse relative du *n*-alkane C_{40} doit être au moins de 0,7, en tenant compte du *n*-alkane C_{20}.

L'optimisation de la séparation chromatographique en phase gazeuse suppose que l'on ait, au départ, les paramètres suivants: