
**Peintures et vernis — Détermination de la
teneur en composés organiques volatils
(COV) —**

Partie 2:

**Méthode par chromatographie en phase
gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Paints and varnishes — Determination of volatile organic compound (VOC)
content —*

[ISO 11890-2:2000](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4c31-90f7-74b114391d94/iso-11890-2-2000>

Part 2: Gas-chromatographic method



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11890-2:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3f4c83e-0520-4c31-90f7-74b114391d94/iso-11890-2-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3f4c83e-0520-4c31-90f7-74b114391d94/iso-11890-2-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1	1
2	1
3	2
4	2
5	3
6	3
7	5
8	5
9	6
10	8
11	9
12	9
13	10

Annexes

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

A	11
B	12
B.1	12
B.2	12
B.3	13
B.4	13

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 11890 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 11890-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 10, *Méthodes d'essai des liants pour peintures et vernis*.

L'ISO 11890 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV)*.

— *Partie 1: Méthode par différence*

— *Partie 2: Méthode par chromatographie en phase gazeuse*

L'annexe A constitue un élément normatif de la présente partie de l'ISO 11890. L'annexe B de la présente partie de l'ISO 11890 est donnée uniquement à titre d'information.

Peintures et vernis — Détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV) —

Partie 2:

Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11890 fait partie d'une série de normes qui traitent de l'échantillonnage et des essais relatifs aux peintures, vernis et produits assimilés.

Elle spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV) des peintures, vernis et de leurs matières premières. Elle doit être utilisée lorsque la teneur escomptée en composés organiques volatils est supérieure à 0,1 % en masse et inférieure à environ 15 % en masse. Si la teneur en composés organiques volatils est supérieure à environ 15 % en masse, la méthode plus simple préconisée dans l'ISO 11890-1 peut être utilisée.

Cette méthode suppose que la matière volatile soit de l'eau ou une matière organique. Toutefois, d'autres composés inorganiques volatils peuvent être présents; il peut être nécessaire de les quantifier selon une autre méthode et d'en tenir compte dans les calculs.

2 Références normatives

ISO 11890-2:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3f4c83e-0520-4c31-90f7-74b114791d94/iso-11890-2-2000>

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 11890. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 11890 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 760:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

ISO 1513:1992, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais*.

ISO 2811-1:1997, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 1: Méthode pycnométrique*.

ISO 2811-2:1997, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 2: Méthode par immersion d'un corps (plongeur)*.

ISO 2811-3:1997, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 3: Méthode par oscillation*.

ISO 2811-4:1997, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 4: Méthode du cylindre sous pression*.

ISO 4618-1:1998, *Peintures et vernis — Termes et définitions pour produits de peinture — Partie 1: Termes généraux*.

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*.

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 11890-1:2000, *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV) — Partie 1: Méthode par différence.*

ISO 15528:—¹⁾, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ASTM D 3960-98, *Standard Practice for Determining Volatile Organic Compound (VOC) Content of Paints and Related Coatings.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 11890, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

composé organique volatil

COV

tout liquide et/ou solide organique qui s'évapore spontanément à la température et la pression de l'atmosphère avec laquelle il est en contact

[ISO 4618-1:1998]

3.2

teneur en composés organiques volatils

masse des composés organiques volatils présents dans un revêtement, déterminée dans des conditions spécifiées

NOTE 1 Les propriétés et la quantité des composés à prendre en compte dépendront du domaine d'application du revêtement. Pour chaque domaine d'application, les valeurs limites et les méthodes de détermination ou de calcul sont stipulées par des réglementations ou par des accords.

NOTE 2 Dans certaines législations gouvernementales américaines, le terme « composé organique volatil » se limite aux composés induisant une action photochimique dans l'atmosphère (voir ASTM D 3960). Tous les autres composés sont donc définis comme des composés exempts.

[Adaptée de l'ISO 4618-1:1998]

3.3

composé exempt

composé organique qui ne participe pas à des réactions photochimiques dans l'atmosphère (voir note 2 dans la définition 3.2)

3.4

prêt à l'emploi

état d'un produit lorsqu'il a été mélangé conformément aux instructions du fabricant, selon les bonnes proportions, et dilué si requis au moyen de diluants appropriés, de sorte que la peinture puisse être appliquée selon la méthode approuvée

4 Principe

Une fois que l'échantillon a été préparé, les composés organiques volatils sont séparés par chromatographie en phase gazeuse. Selon le type d'échantillon, on utilise un système d'injection de l'échantillon à chaud ou à froid. La méthode préconisée est l'injection à chaud. Une fois que les composés ont été identifiés, ils sont quantifiés à partir de l'aire du pic, au moyen d'un étalon interne. Selon le matériel choisi, il est également possible de déterminer la teneur

1) À publier. (Révision de l'ISO 842:1984 et l'ISO 1512:1991)

en eau par cette méthode. Un calcul permet ensuite d'obtenir la teneur en composés organiques volatils de l'échantillon.

5 Informations supplémentaires exigées

Pour toute application particulière, la méthode d'essai spécifiée dans la présente partie de l'ISO 11890 doit être complétée par des informations supplémentaires. Les éléments d'information supplémentaires sont données dans l'annexe A.

6 Appareillage

6.1 Chromatographe en phase gazeuse

L'appareil doit être installé et utilisé conformément aux instructions du fabricant. Toutes les parties de l'instrument en contact avec l'échantillon pour essai doivent être constituées d'un matériau (par exemple du verre) qui résiste à l'échantillon et qui n'est pas susceptible de le modifier chimiquement.

6.2 Système d'injection de l'échantillon

6.2.1 Généralités

Utiliser l'un des deux types spécifiés en 6.2.2 et 6.2.3.

6.2.2 Système d'injection à chaud avec diviseur d'échantillon (système préconisé)

L'instrument doit comporter un bloc d'injection à température variable et un diviseur d'échantillon. La température d'injection doit être réglable avec une exactitude de 1 °C. Le rapport de division doit pouvoir être réglé et surveillé. L'insert de l'injecteur doit contenir de la laine de verre silanée pour retenir les constituants non volatils; il doit être nettoyé et rempli de laine de verre neuve ou remplacé, pour éliminer les erreurs dues aux résidus de liant ou de pigment (c'est-à-dire adsorption de composés). L'adsorption se manifeste par une traînée du pic, surtout dans le cas des composés peu volatils.

6.2.3 Système d'injection à froid avec diviseur d'échantillon

Le système d'injection à froid doit être muni d'un dispositif de programmation de la température permettant de passer de la température ambiante à 300 °C; l'insert de l'injecteur doit être constitué d'un matériau inerte, comme du verre. L'insert doit être rempli de laine de verre silanée et traité selon les spécifications énoncées en 6.2.2. Le rapport de division doit être pouvoir être réglé et surveillé.

La fidélité de la méthode sera améliorée si le système d'injection, notamment le système d'injection à chaud, est couplé à un injecteur automatique. En cas d'utilisation d'un injecteur automatique, suivre les instructions du fabricant.

6.2.4 Choix du système d'injection de l'échantillon

Le choix d'un système d'injection à chaud ou à froid dépend du type de produit soumis à essai. Il sera nécessaire d'utiliser le système d'injection à froid pour les produits qui, à haute température, dégagent des substances qui influent sur la détermination.

Des changements intervenant dans le chromatogramme (par exemple la présence de pics étrangers ou une augmentation ou diminution de la taille des pics) indiquent des réactions de clivage ou de décomposition selon les températures d'injection de l'échantillon.

Le système d'injection à chaud couvre tous les constituants volatils, composés et produits de clivage volatils des liants et additifs. Les produits de clivage des liants ou des additifs qui sont identiques à un constituant du produit peu-

vent être séparés par un système d'injection à froid, car ils éluent plus tardivement en raison de l'augmentation programmée de la température du bloc d'injection.

6.3 Étuve

L'étuve doit pouvoir être chauffée entre 40 °C et 300 °C, soit en isotherme, soit en programmation de température. Il doit être possible de régler la température de l'étuve à 1 °C près. La température finale du programme de température ne doit pas excéder la température maximale d'utilisation de la colonne capillaire (voir 6.5).

6.4 Détecteur

Utiliser l'un ou l'autre des détecteurs suivants:

6.4.1 Détecteur à ionisation de flamme, pouvant fonctionner à des températures atteignant 300 °C. Pour éviter les risques de condensation, la température du détecteur doit être d'au moins 10 °C supérieure à la température maximale de l'étuve. L'alimentation en gaz du détecteur, le volume d'injection, le rapport de division et le réglage du gain doivent être optimisés de sorte que les signaux (surfaces de pic) utilisés pour le calcul soient proportionnels à la quantité de substance.

6.4.2 Spectromètre de masse ou autre détecteur sélectif de masse, correctement étalonné.

6.4.3 Spectromètre à infrarouge à transformée de Fourier, correctement étalonné.

6.5 Colonne capillaire

La colonne doit être constituée de verre ou de silice fondue. Des colonnes ayant une longueur suffisante pour séparer les composés volatils et un diamètre intérieur maximal de 0,32 mm, revêtues de polydiméthylsiloxane ou de poly(éthylène-glycol) avec une épaisseur de film appropriée assurent une bonne séparation des pics. La phase stationnaire et la longueur de colonne doivent être choisies pour améliorer la séparation des COV (voir exemples dans l'annexe B).

6.6 Matériel d'analyse qualitative

Si les composés séparés doivent être identifiés par un détecteur sélectif de masse ou un spectromètre à infrarouge à transformée de Fourier (spectromètre FT-IR), l'instrument doit être couplé au chromatographe en phase gazeuse et fonctionner conformément aux instructions du fabricant.

6.7 Seringue d'injection

La seringue d'injection doit avoir une capacité correspondant au moins au double du volume de l'échantillon à injecter dans le chromatographe en phase gazeuse.

6.8 Enregistreur de diagramme

Les enregistreurs de diagrammes à compensation conviennent pour tracer le chromatogramme.

6.9 Intégrateur

Un système de traitement d'information électronique (intégrateur ou ordinateur) doit être utilisé pour mesurer les surfaces de pic. Les paramètres d'intégration utilisés pour l'étalonnage et l'analyse doivent être identiques.

6.10 Flacons pour échantillons

On doit utiliser des flacons constitués d'un matériau chimiquement inerte (par exemple du verre), qui peuvent être fermés hermétiquement avec un bouchon équipé d'un septum (par exemple une membrane en caoutchouc revêtue de polytétrafluoroéthylène).

6.11 Filtres à gaz

Des filtres doivent être installés dans les conduites de raccordement du chromatographe en phase gazeuse, pour adsorber les impuretés restant dans les gaz (voir 6.12).

6.12 Gaz

6.12.1 Gaz vecteur: hélium, azote ou hydrogène sec et exempt d'oxygène, ayant une pureté d'au moins 99,996 % en volume.

6.12.2 Gaz détecteurs: hydrogène ayant une pureté d'au moins 99,999 % en volume et air (synthétique) exempt de composés organiques.

6.12.3 Gaz auxiliaire: azote ou hélium de même qualité que le gaz vecteur.

7 Réactifs

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.1 Étalon interne

L'étalon interne doit être un composé qui n'est pas présent dans l'échantillon et qui est complètement séparé des autres éléments du chromatogramme. Il doit être inerte par rapport aux constituants de l'échantillon, stable dans la plage de températures requise, et de pureté connue. Des composés comme l'isobutanol et le diméthyléther diéthylène-glycol conviennent.

7.2 Composés d'étalonnage

Les composés utilisés pour l'étalonnage doivent avoir une pureté d'au moins 99 % en masse, ou être d'une pureté connue.

7.3 Solvant de dilution

On doit utiliser un solvant organique permettant de diluer l'échantillon. Il doit avoir une pureté d'au moins 99 % en masse, ou être d'une pureté connue, et ne doit pas contenir de substances susceptibles d'influer sur la détermination, en provoquant par exemple des pics de recouvrement dans le chromatogramme. Il faut toujours injecter le solvant séparément pour pouvoir observer les agents contaminants et les pics d'interférence possibles, surtout pour l'analyse de traces.

NOTE Des solvants comme le méthanol et le tétrahydrofurane conviennent.

8 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer (ou de chaque produit, dans le cas d'un système multicouche), comme décrit dans l'ISO 15528.

Examiner et préparer chaque échantillon pour l'essai comme décrit dans l'ISO 1513 et préparer l'échantillon final pour essai dans l'état «prêt à l'emploi».

9 Mode opératoire

9.1 Masse volumique

Si le calcul le requiert (voir 10.3 à 10.5), déterminer la masse volumique de l'échantillon selon la partie de l'ISO 2811 qui donnera la meilleure fidélité pour le type d'échantillon considéré. Déterminer la masse volumique à 23 °C.

9.2 Teneur en eau

Déterminer la teneur en eau, en pourcentage en masse, selon la méthode décrite dans l'ISO 760, en choisissant les réactifs de sorte que les composés contenus dans l'échantillon ne provoquent pas d'interférences. Si les composés ne sont pas connus, les déterminer qualitativement (voir 9.4).

NOTE 1 Les cétones et les aldéhydes sont des composés susceptibles de provoquer des interférences. Normalement, les fabricants de réactifs publient une documentation destinée à guider le client dans le choix d'un réactif approprié.

NOTE 2 Si le produit à essayer est bien caractérisé et que l'on sait qu'il ne contient pas d'eau, il peut ne pas être nécessaire de déterminer sa teneur en eau, laquelle peut être supposée égale à zéro.

9.3 Conditions de chromatographie en phase gazeuse

9.3.1 Les conditions de chromatographie en phase gazeuse dépendront du produit à analyser, et doivent être optimisées à chaque fois au moyen d'un mélange d'étalonnage connu. L'annexe B donne des exemples de conditions d'utilisation avec des systèmes d'injection à chaud et à froid.

9.3.2 Le volume d'injection et le rapport de division doivent être coordonnés, de façon à ne pas dépasser la capacité de la colonne et à demeurer dans la plage linéaire du détecteur. La présence de pics asymétriques indique une surcharge de la colonne chromatographique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3f4c83e-0520-4c31-90f7-74b114391d94/iso-11890-2-2000>
 (standards.iteh.ai)

9.4 Analyse qualitative du produit

Si les composés organiques du produit ne sont pas connus, procéder à une détermination qualitative. Le mieux est de coupler un chromatographe en phase gazeuse à un détecteur sélectif de masse ou à un spectromètre à infrarouge à transformée de Fourier (6.6), le chromatographe étant programmé selon le réglage utilisé en 9.3.

9.5 Étalonnage

9.5.1 Si l'on trouve sur le marché des composés d'étalonnage convenables, le facteur de réponse doit être calculé selon la technique suivante:

9.5.1.1 Peser dans un flacon pour échantillon (6.10), à 0,1 mg près, les quantités de composés déterminées en 9.4, dans l'ordre d'importance correspondant à leur teneur dans le produit en essai.

Introduire la même masse d'étalon interne (7.1) dans le flacon pour échantillon, diluer le mélange au moyen du solvant de dilution (7.3) et l'injecter dans des conditions identiques à celles qui seront utilisées pour l'échantillon pour essai.

9.5.1.2 Optimiser les paramètres instrumentaux comme indiqué en 9.3.

9.5.1.3 Injecter à nouveau une quantité appropriée du mélange d'étalonnage dans le chromatographe. Calculer les facteurs de réponse pour chacun des composés selon l'équation suivante:

$$r_i = \frac{m_{ci} \times A_{is}}{m_{is} \times A_{ci}}$$

où

r_i est le facteur de réponse pour le composé i ;

m_{is} est la masse, en grammes, de l'étalon interne dans le mélange d'étalonnage;

m_{ci} est la masse, en grammes, du composé i dans le mélange d'étalonnage;

A_{is} est l'aire du pic de l'étalon interne;

A_{ci} est l'aire du pic du composé i .

9.5.2 Si l'on trouve des pics non identifiés ou s'il n'existe pas de composés adéquats sur le marché, supposer un facteur de réponse de 1,0.

9.6 Préparation des échantillons

Peser dans un flacon pour échantillon, à 0,1 mg près, 1 g à 3 g d'échantillon et une quantité d'étalon interne du même ordre de grandeur que les constituants à analyser. Diluer l'échantillon pour essai avec un volume approprié de solvant de dilution, fermer hermétiquement le flacon et homogénéiser le contenu.

NOTE Les échantillons pigmentés ou délicats peuvent être séparés par centrifugation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itih.ai)

9.7 Détermination quantitative de la teneur en composés

9.7.1 Régler les paramètres des instruments tels qu'ils ont été optimisés au cours de l'étalonnage.

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/f34c83e-0520-4c31-90f7-78d1e5519ca1/iso-11890-2>

9.7.2 Injecter 0,1 µl à 1 µl d'échantillon pour essai dans le chromatographe en phase gazeuse et enregistrer le chromatogramme. Déterminer les aires du pic pour chaque composé, puis procéder à une détermination de la masse de chaque composé présent dans la peinture, à l'aide de l'équation suivante:

$$m_i = \frac{r_i \times A_i \times m_{is}}{m_s \times A_{is}}$$

où

m_i est la masse, en grammes, du composé i dans 1 g de produit;

r_i est le facteur de réponse pour le composé i (voir 9.5.1.3);

A_i est l'aire du pic du composé i ;

A_{is} est l'aire du pic de l'étalon interne;

m_{is} est la masse, en grammes, de l'étalon interne dans l'échantillon pour essai (voir 9.6);

m_s est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai (voir 9.6).

NOTE Certains solvants, comme les naphtas, éluent en formant une série de pics. La surface totale peut être additionnée et traitée comme un pic unique avec la plupart des intégrateurs, à condition qu'aucun autre composé n'élue dans le même intervalle. Si l'intégrateur ne le permet pas, la surface totale devra être calculée manuellement. L'équation ci-dessus peut alors être utilisée pour déterminer la quantité de solvant dans l'échantillon pour essai.