
Qualité de l'eau — Dosage par chromatographie en phase gazeuse d'un certain nombre d'hydrocarbures aromatiques monocycliques, du naphthalène et de divers composés chlorés par dégazage, piégeage et désorption thermique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Water quality — Gas-chromatographic determination of a number of monocyclic-aromatic hydrocarbons, naphthalene and several chlorinated compounds using purge-and-trap and thermal desorption

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/5668769-7196-40c9-b98b-10363a8865d2/iso-15680-2003>



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 15680:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-b98b-10363a8865d2/iso-15680-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-b98b-10363a8865d2/iso-15680-2003>

© ISO 2003

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 du 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 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	3
5 Interférences	3
6 Réactifs	4
7 Appareillage	7
8 Prélèvement, conservation et préparation des échantillons	9
9 Mode opératoire analytique	9
10 Étalonnage	11
11 Calcul	12
12 Expression des résultats	13
13 Données de fidélité	13
14 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Application de la concentration par dégazage et piégeage à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse des composés volatils dans l'eau — Exemple 1: Étude de validation conduite au Royaume-Uni	14
Annexe B (informative) Application de la concentration par dégazage et piégeage à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse des composés volatils dans l'eau — Exemple 2: fourni par le DIN	19
Annexe C (informative) Application de la concentration par dégazage et piégeage à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse des composés volatils dans l'eau — Exemple 3: Étude de validation conduite aux Pays-Bas	22
Annexe D (normative) Critères d'identification des composés cibles par CG-MS	25
Annexe E (informative) Modes opératoires de nettoyage de la verrerie et de préparation de l'eau exempte de contaminants	29
Annexe F (informative) Préparation de solutions étalons de composés organiques volatils	31
Annexe G (informative) Détermination du rendement (absolu) des substances analysées par dégazage et piégeage	33
Bibliographie	34

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 15680 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15680:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-b98b-10363a8865d2/iso-15680-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-b98b-10363a8865d2/iso-15680-2003>

Qualité de l'eau — Dosage par chromatographie en phase gazeuse d'un certain nombre d'hydrocarbures aromatiques monocycliques, du naphthalène et de divers composés chlorés par dégazage, piégeage et désorption thermique

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale soient familières avec les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale ne prétend pas aborder tous les éventuels problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des pratiques de santé et de sécurité appropriées et de s'assurer de la conformité aux exigences réglementaires nationales.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode générale de dosage des composés organiques volatils (COV) dans l'eau par dégazage et piégeage suivis d'une chromatographie en phase gazeuse. Les Annexes A, B et C donnent des exemples d'analytes pouvant être dosés par la présente Norme internationale. Ces éléments vont du difluorodichlorométhane (R12) au trichlorobenzène, en passant par tous les composés organiques non polaires de volatilité intermédiaire.

La détection se fait de préférence par spectrométrie de masse en mode impact électronique (EI) mais il est aussi possible d'utiliser d'autres détecteurs. [ISO 15680:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-30a1-230423042304)

La limite de détection dépend beaucoup du type de détecteur utilisé et des paramètres opérationnels. En règle générale, il est possible d'obtenir des limites inférieures de détection de 10 ng/l¹). La plage de travail typique va jusqu'à 100 µg/l.

La présente Norme internationale peut être appliquée à l'eau potable, à l'eau souterraine, à l'eau de surface, à l'eau de mer et aux eaux résiduaires (diluées).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

1) La valeur de limite de détection est donnée à titre indicatif. Elle est calculée comme étant égale à 3 fois l'écart-type d'une série de mesures effectuées sur 10 répliques dans des conditions de répétabilité.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 composé organique volatil COV

composé organique (généralement non polaire) dont la température d'ébullition est généralement comprise entre -30 °C et 220 °C

3.2 composé cible

composé sélectionné dont la présence ou l'absence est déterminée

NOTE Cette définition s'applique également aux dérivés du composé d'origine qui se forment pendant une opération volontaire de dérivation.

3.3 composé étalon

composé cible de pureté la plus élevée possible pouvant servir de référence pendant l'analyse et ne renfermant aucune impureté ayant une quelconque influence sur son spectre de masse

3.4 étalon de temps de rétention

composé ajouté à l'échantillon (ou à l'extrait d'échantillon) et à la **solution d'étalonnage externe** (3.6) et dont le temps de rétention sert à calculer les temps de rétention relatifs des composés cibles

NOTE L'étalon de temps de rétention peut être identique à l'étalon ou aux étalons internes.

3.5 temps de rétention relatif

rapport entre le temps de rétention du composé cible et le temps de rétention de l'étalon de temps de rétention

3.6 solution d'étalonnage externe

solution de concentration connue des composés cibles

3.7 concentration minimale pour identification

concentration la plus faible du composé cible qui, si ce dernier est présent dans l'échantillon, peut encore être identifiée à partir du critère d'identification suivant: l'ion de diagnostic sélectionné de plus faible intensité est toujours présent dans le spectre de masse avec un rapport signal/bruit supérieur à 3:1

NOTE Cette concentration dépend fortement de la sensibilité de l'instrument et des caractéristiques de performance de la méthode d'analyse.

3.8 ion de diagnostic

ion sélectionné dans le spectre de masse du composé cible qui a la plus grande spécificité

NOTE Pour le choix des ions de diagnostic, voir D.5.

4 Principe

Un volume fixe d'échantillon est dégazé avec un volume fixe de gaz inerte pour extraire les composés volatils qui sont ensuite adsorbés. Le piégeage peut se faire:

- a) sur un piège garni de substance adsorbante (couplé ou non avec un système de cryofocalisation), ou
- b) directement sur un piège capillaire froid.

Une fois le processus de dégazage terminé, le piège est chauffé pour désorber les composés volatils qui sont ensuite déplacés par le gaz vecteur vers une colonne capillaire de chromatographie en phase gazeuse. Le transfert dans la colonne chromatographique peut se faire dans un montage en ligne ou hors ligne. Pour obtenir une bande d'injection de faible largeur, il est recommandé d'utiliser un système de cryofocalisation quand le piégeage se fait dans un piège garni de substance adsorbante comme en a) ou quand le transfert intervient par l'intermédiaire d'un diviseur réglé à un rapport d'environ 20:1 si la sensibilité du système analytique le permet.

Les composés sont ensuite séparés par chromatographie en phase gazeuse avec programmation de température et détectés à l'aide d'un spectromètre de masse. Les données doivent être recueillies en mode de balayage total ou sur un nombre suffisant de fragments spécifiques pour permettre la comparaison avec les étalons. Un composé est considéré présent lorsque les critères de l'Annexe D sont respectés. La quantification est effectuée à l'aide des fragments caractéristiques choisis pour chaque analyte.

5 Interférences

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Généralités

En principe il y a interférence pour tout composé pouvant être dégazé qui élué au même temps de rétention chromatographique que l'élément à doser et qui produit un spectre de masse identique ou presque similaire à celui de cet élément. En pratique, cette interférence est peu probable dans la mesure où les spectres de la plupart des éléments à doser sont caractéristiques. La possibilité d'une erreur d'identification est donc très faible, compte tenu des données disponibles sur les temps de rétention et les spectres sur une large gamme de masses. Des pics coélués avec des ions de valeur m/z non spécifique peuvent provoquer des interférences mais les ions de quantification peuvent être choisis de manière à éviter ce phénomène.

La contamination introduite au cours du mode opératoire d'analyse est contrôlée par une détermination des blancs (9.4).

5.2 Interférences dans le processus d'échantillonnage

Les composés organiques volatils peuvent subir une évaporation ou un dégazage pendant le processus d'échantillonnage, le transport, le stockage ou la préparation des échantillons. Cela peut entraîner des valeurs de concentration mesurées trop faibles. Des composés organiques volatils provenant de l'air ambiant du laboratoire ou du réfrigérateur où sont conservés les échantillons peuvent diffuser dans les échantillons eux-mêmes. Cela conduit à des concentrations trop élevées.

5.3 Interférences dues au gaz de dégazage et au gaz de chromatographie

Une pureté insuffisante du gaz pour dégazage et du gaz vecteur de chromatographie peut provoquer des interférences.

5.4 Interférences dans le processus de dégazage et de piégeage

L'une des principales sources de contamination pendant le transport est la contamination par l'air du laboratoire du récipient pour dégazage ou du récipient de l'échantillon. Il convient donc que le laboratoire soit exempt de solvants et de solutions étalons concentrées.

Les vêtements du personnel de laboratoire sont également une source potentielle de contamination, notamment des hydrocarbures halogénés hautement volatils.

Pour éviter les interférences, il convient que tous les matériels (tubes, joints, robinetterie, etc.) soient fabriqués en acier inoxydable ou en verre. Il est recommandé d'éviter les matériaux plastiques. Il y a lieu de nettoyer soigneusement toute la verrerie directement en contact avec l'échantillon ou les composés dégazés (voir Annexe E). Le risque d'entraînement est élevé, notamment après la mesure d'échantillons fortement pollués.

Les récipients pour dégazage comportant un verre fritté sont susceptibles de provoquer des contaminations croisées (voir aussi 7.1).

Le dégazage des échantillons d'eau contenant des agents tensio-actifs peut provoquer la formation de mousse qui peut entrer en contact direct avec l'adsorbant. Dans ce cas, le dégazage doit être arrêté immédiatement.

5.5 Interférences dans le processus de désorption thermique

Les substances peuvent se dégrader pendant le processus de désorption thermique.

Il est recommandé que les conduites de transfert entre le piège adsorbant et les systèmes d'injection pour chromatographie en phase gazeuse n'aient aucun point «froid» susceptible de jouer le rôle d'adsorbant et d'entraîner la perte de composés organiques volatils.

Si un système de cryofocalisation est utilisé et si les adsorbants ne sont pas totalement séchés après le dégazage, les capillaires peuvent être complètement obstrués par la glace. Ce phénomène entraîne une désorption incomplète et l'impossibilité d'évaluer le mode opératoire d'analyse.

Les adsorbants utilisés dans les systèmes de dégazage et de piégeage sont sujets à un vieillissement (contamination, contrainte thermique) qui peut provoquer des modifications de la capacité de piégeage et des valeurs à blanc.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-b98b-10363a8865d2/iso-15680-2003>

5.6 Interférences dans les échantillonneurs automatiques

Les échantillons provenant d'échantillonneurs automatiques et destinés à des analyses ultérieures doivent être protégés de la lumière (flacons en verre brun).

Il convient de respecter scrupuleusement les remarques de 5.4 pour les échantillonneurs automatiques.

6 Réactifs

Utiliser des réactifs de pureté suffisante qui ne donnent pas lieu à des pics interférents au cours de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse. Contrôler les solutions étalons préparées extemporanément par comparaison avec des solutions étalons préparées antérieurement pour vérifier leur intégrité. Il convient de faire ce contrôle sur chaque lot de matériau en analysant des solutions à blanc avec chaque lot d'échantillons. Utiliser si possible des solvants de haute qualité qui ne contiennent pas de composés interférents et des réactifs de qualité analytique. Les réactifs peuvent contaminer par contact avec l'air et/ou d'autres matériaux, notamment les plastiques, ou par dégradation à la suite d'une réaction avec la lumière. Il convient de conserver les réactifs, à l'abri de la lumière si nécessaire, dans des récipients en verre ou en matériau jugé approprié.

6.1 Eau, utilisée pour les déterminations à blanc, la dilution des échantillons et la préparation des solutions d'étalonnage.

Il est recommandé que l'eau soit connue pour être exempte de contaminants (voir Annexe E). Il convient qu'elle donne des interférences négligeables comparées à la concentration la plus faible à déterminer (voir l'ISO 3696).

Il est recommandé de disposer d'une quantité suffisante d'eau du même lot pour pouvoir terminer chaque série d'analyses, y compris toutes les préparations.

6.2 Méthanol, CH_3OH , utilisé comme solvant et pour la préparation des solutions mères étalons.

D'autres solvants facilement solubles dans l'eau et qui n'interfèrent pas avec le processus analytique peuvent également être utilisés. Il s'agit notamment du *N,N*-diméthylformamide (DMF, $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$), du diméthylsulfoxyde (DMSO, $\text{C}_2\text{H}_6\text{SO}$) et de l'acétone ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$).

6.3 Thiosulfate de sodium pentahydraté, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Ajouter, si nécessaire, du thiosulfate de sodium aux échantillons pour éliminer les oxydants restants tels que le chlore ou l'ozone. D'autres substances non interférentes (par exemple du sulfite de sodium) peuvent également être utilisées dans ce but.

NOTE Les produits d'oxydation intermédiaires déjà formés comme les acides acétiques halogénés peuvent toujours former des trihalométhanes quelle que soit la méthode de préservation décrite dans le présent article.

6.4 Hydrogénosulfate de sodium, NaHSO_4 .

D'autres acides ou sels acides dilués convenables peuvent également être utilisés.

6.5 Gaz pour dégazage.

Utiliser pour le dégazage de l'hélium ou de l'azote de haute qualité, exempt de substances interférentes. Les impuretés peuvent, si nécessaire, être éliminées à l'aide d'une cartouche de purification.

6.6 Solutions étalons.

(standards.iteh.ai)

Compte tenu de la nature extrêmement volatile des gaz et des composés les plus volatils analysés, la préparation des solutions étalons doit être effectuée avec le plus grand soin. Des pertes peuvent se produire dans l'espace de tête du récipient utilisé pour préparer les solutions étalons. Pour une description détaillée de la préparation des solutions mères étalons de composés volatils, voir l'Annexe F. Il est conseillé et plus approprié d'utiliser des solutions étalons disponibles dans le commerce. Conserver les solutions étalons intermédiaires à environ 4 °C et les laisser revenir à température ambiante avant l'emploi.

Le mode opératoire qui suit est donné à titre d'exemple, mais les utilisateurs peuvent souhaiter préparer leurs propres solutions étalons par une autre méthode ou en diluant des solutions mères disponibles dans le commerce (de préférence certifiées), dans la mesure où ces dernières donnent des résultats équivalents.

6.6.1 Solution mère étalon pour l'étalonnage (2 mg/ml).

Dissoudre des quantités définies d'environ 200 mg de chaque composé organique volatil dans une fiole jaugée de 100 ml remplie partiellement du même solvant (6.2), compléter jusqu'au volume et bien homogénéiser. Voir aussi l'Annexe F.

6.6.2 Solution mère d'étalon interne (2 mg/ml).

Dissoudre des quantités définies d'environ 200 mg de chaque composé étalon interne dans une fiole jaugée de 100 ml remplie partiellement du même solvant (6.2), compléter jusqu'au volume et bien homogénéiser. Voir aussi l'Annexe F.

Il convient d'utiliser au moins un composé étalon interne pour l'analyse quantitative et il est possible d'utiliser des composés étalons internes supplémentaires comme étalons traceurs. Des composés appropriés peuvent être choisis à partir du Tableau 1. Utiliser des étalons deutérés seulement pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse suivie d'une spectrométrie de masse. Pour les composés étalons internes indiqués (*) dans le Tableau 1, la gamme des éléments à analyser correspondants est donnée à titre d'exemple en Annexe A (Tableau A.2).

Tableau 1 — Composés étalons internes

Numéro CAS	Composé	Formule
462-06-6	* monofluorobenzène	C ₆ H ₅ F
3114-55-4	* monochlorobenzène-d ₅	C ₇ ClD ₅
3855-82-1	* 1,4-dichlorobenzène-d ₄	C ₆ Cl ₂ D ₄
540-36-3	* 1,4-difluorobenzène	C ₆ H ₄ F ₂
460-00-4	1-bromo-4-fluorobenzène	C ₆ H ₄ BrF
2037-26-5	toluène-d ₈	C ₇ D ₈
1868-53-7	dibromofluorométhane	CHBr ₂ F
109-70-6	1-bromo-3-chloropropane	C ₃ H ₆ BrCl
107-04-0	1-bromo-2-chloroéthane	C ₂ H ₄ BrCl
75-62-7	bromotrichlorométhane	CBrCl ₃
363-72-4	pentafluorobenzène	C ₆ HF ₅
1076-43-3	benzène-d ₆	C ₆ D ₆
17060-07-0	1,2-dichloroéthane-d ₄	C ₂ Cl ₂ D ₄
20302-26-5	éthylbenzène-noyau-d ₅	C ₈ H ₅ D ₅
74-97-5	bromochlorométhane	CH ₂ BrCl
3017-95-6	2-bromo-1-chloropropane	C ₃ H ₆ BrCl
110-56-5	1,4-dichlorobutane	C ₄ H ₈ Cl ₂
56004-61-6	o-xylène-d ₁₀	C ₈ D ₁₀

* La gamme des éléments à analyser correspondants est donnée dans le Tableau A.2.

ISO 15680:2003

6.6.3 Solutions de dopage <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-b98b-10363a8865d2/iso-15680-2003>

Préparer des solutions de dopage à partir des solutions 6.6.1 et 6.6.2 par dilution appropriée dans une fiole jaugée contenant le même solvant (6.2). Le Tableau 2 donne, à titre d'exemple, un schéma de dilution dans 100 ml de solvant suivi du dopage de 5 µl de ce solvant dans 100 ml d'eau pour donner les solutions de dopage 6.6.3.1 à 6.6.3.6. Dans cet exemple, la concentration de l'élément à analyser va de 0 µg/l à 5 µg/l dans l'eau.

Si la gamme de mesure désirée diffère de celle du Tableau 2, il convient d'adopter des rapports de dilution différents ou d'adapter le volume de dopage en conséquence.

NOTE La solution 6.6.3.1 est utilisée comme solution étalon interne à ajouter à chaque échantillon (voir 9.3).

Tableau 2 — Schéma de dilution dans 100 ml de solvant

Solution de dopage (100 ml de solvant)	ml de 6.6.2 (ajouté à 100 ml of solvant) ^a	ml de 6.6.1 (ajouté à 100 ml of solvant)	Concentration de l'élément à analyser dans la solution de dopage (en mg/l de solvant)	Concentration (en µg/l) dans la solution d'étalonnage (5 µl de solution de dopage ajoutée à 100 ml d'eau)
6.6.3.1	5	0	0	0
6.6.3.2	5	1	20	1
6.6.3.3	5	2	40	2
6.6.3.4	5	3	60	3
6.6.3.5	5	4	80	4
6.6.3.6	5	5	100	5

^a La concentration du composé étalon interne de chaque solution de dopage est de 100 mg/l.

6.6.4 Solutions d'étalonnage.

Ajouter un petit volume des solutions de dopage de 6.6.3.2 à 6.6.3.6 du Tableau 2 à l'eau (6.1) dans le récipient pour dégazage (7.1) [ou dans le récipient contenant l'échantillon (7.3) en cas d'utilisation d'un échantillonneur automatique]. Le Tableau 2 donne l'exemple de l'ajout de 5 µl dans 100 ml d'eau (aux concentrations indiquées dans la quatrième colonne). Pour analyser des volumes d'échantillon supérieurs, ajouter un volume supérieur équivalent de solution de dopage.

S'assurer que la teneur en solvant organique de la solution aqueuse d'étalonnage finale ne dépasse pas 2 % (fraction volumique). Si le solvant est présent en pourcentage supérieur, il convient de vérifier la linéarité.

6.6.5 Solution à blanc.

Réserver une partie de l'eau non dopée pour servir de solution à blanc de contrôle qualité.

7 Appareillage

Il n'est pas spécifié de verrerie ou de matériel courant de laboratoire dans la mesure où le matériel véritable utilisé dépend de l'application et des circonstances particulières. Vérifier que tous les dispositifs sont exempts de composés interférents. Nettoyer soigneusement toute la verrerie, y compris les flacons d'échantillonnage. Un mode opératoire de nettoyage est indiqué en Annexe E.

7.1 Récipients pour dégazage

Toute une variété de récipients pour dégazage est disponible dans le commerce. Le type particulier à adopter dépend du type d'appareil utilisé pour le dégazage et le piégeage. Certains systèmes permettent le dégazage dans le récipient d'échantillonnage. Il convient de nettoyer les récipients pour dégazage de la manière indiquée en Annexe E.

ISO 15680:2003

7.2 Récipients d'échantillons

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-b98b-10363a8865d2/iso-15680-2003>

Divers récipients peuvent être utilisés pour contenir les échantillons, par exemple des récipients à bouchon vissé à joint d'étanchéité en silicone revêtu de PTFE. Pour les systèmes de dégazage et de piégeage avec échantillonneur automatique, utiliser les récipients d'échantillons préconisés par le fabricant d'échantillonneurs automatiques. Lorsque des flacons à septum sont utilisés, ceux-ci ne doivent pas être réutilisés.

7.3 Appareillage de dégazage et de piégeage

L'appareillage de dégazage et de piégeage peut être acheté dans le commerce ou construit. Il comprend l'équipement complètement automatisé de chromatographie en phase gazeuse avec dégazage et piégeage en ligne, échantillonneur automatique et dispositif de désorption thermique incorporé, ainsi qu'un équipement manuel hors ligne. Tous les instruments qui respectent les critères et ont prouvé qu'ils donnaient des résultats fiables peuvent être utilisés. Selon les Annexes A, B et C, divers instruments ont été utilisés. D'autres dispositifs peuvent être appropriés mais il convient de les vérifier pour s'assurer qu'ils fonctionnent de manière satisfaisante.

Il convient que l'appareillage de dégazage et de piégeage comporte les éléments suivants:

- a) un échantillonneur automatique;
- b) un récipient de dégazage, une enveloppe chauffante et un thermostat, une alimentation en gaz pour dégazage, un régulateur de débit, un chronomètre;
- c) un condenseur et une alimentation en réfrigérant ou un système de gaz de purge sec;
- d) un piège adsorbant;

- e) un dispositif de désorption thermique, un thermostat, un chronomètre;
- f) un piège froid, une alimentation en réfrigérant, un dispositif de chauffage, un thermostat;
- g) un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse ou un chromatographe en phase gazeuse et un ou des détecteurs appropriés, des accessoires de chromatographie en phase gazeuse, un système informatique.

Diverses combinaisons des éléments a), c), d), e) et f) sont possibles; elles n'ont pas toutes à être incluses dans ce texte.

7.4 Piège adsorbant

7.4.1 Lorsque l'équipement de dégazage et de piégeage procède par piégeage intermédiaire sur une colonne d'adsorption garnie (voir Article 4), les pièges sont souvent faits sur place ou peuvent subir diverses modifications. Les colonnes d'adsorption peuvent par exemple être faites en verre ou en acier inoxydable et avoir un diamètre intérieur compris entre 2 mm et 5 mm selon l'appareil de désorption thermique avec lequel elles sont utilisées. Les pièges adsorbants sont garnis d'un adsorbant approprié.

Généralement un polymère, un adsorbant carboné ou à base de silice est utilisé²⁾. La garniture a en général les dimensions suivantes: 2 mm à 5 mm de diamètre et 10 mm à 50 mm de longueur, ce qui correspond à au moins 90 mg d'adsorbant. L'adsorbant est maintenu en place par un matériau inerte du type bouchon en laine de verre ou en verre fritté. Cette description est un exemple et d'autres pièges adsorbants peuvent également être utilisés dans la mesure où leurs performances remplissent les exigences de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW

Avant de les utiliser pour la première fois, il est recommandé de conditionner les pièges en les chauffant au-dessus de leur température de désorption pendant environ 30 min dans un faible courant de gaz inerte. Il faut procéder à un essai à blanc sur le piège adsorbant conditionné avant d'utiliser celui-ci en routine.

7.4.2 Des exigences spéciales d'utilisation pour l'équipement de dégazage et de piégeage hors ligne peuvent être applicables.

Dans les équipements de dégazage et de piégeage hors ligne, le choix des pièges adsorbants n'est pas dicté par l'instrument utilisé alors que celui de la plupart des autres éléments de 7.3 a) à f) l'est. Pour une utilisation hors ligne, les pièges doivent être marqués d'un côté pour permettre la rétro-désorption. Lorsque le dégazage et le piégeage se font hors ligne, il est nécessaire d'utiliser pour les pièges adsorbants des fermetures en matériau inerte, par exemple PTFE ou métal avec filetage vissé en PTFE, de telle manière qu'après le dégazage, les pièges puissent être fermés de façon hermétique pour être soit conservés, soit transférés vers l'appareil de désorption thermique.

7.5 Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse (CG-MS)

Un grand nombre de colonnes pour chromatographie en phase gazeuse peuvent être utilisées dans les systèmes d'analyse par dégazage et piégeage. Des exemples de colonnes convenables sont indiqués en Annexes A, B et C.

Il convient que le spectromètre de masse soit capable de fonctionner sur toute la gamme des masses étudiées et comporte un système informatique capable de quantifier les ions à partir des valeurs de m/z choisies. Voir les Annexes A, B et C pour des chromatogrammes types.

2) Tenax®, Porapak®, Carboxpak® et Chromosorb® sont des exemples d'adsorbants types disponibles dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

Selon les substances à analyser, d'autres détecteurs peuvent être utilisés pour la chromatographie en phase gazeuse, tels que des détecteurs à ionisation de flamme (FID), des détecteurs à capture d'électrons (ECD), des détecteurs à photo-ionisation (PID) ou des détecteurs à conductivité électrolytique (ELCD) (voir 9.7.2).

Pour les aspects opérationnels de ces instruments, il est recommandé de se reporter aux instructions des fabricants.

8 Prélèvement, conservation et préparation des échantillons

Prélever des échantillons conformément à l'ISO 5667-3 dans des récipients convenables, de préférence directement dans les récipients d'échantillons (7.3). Il est conseillé de prélever deux échantillons, l'un des deux étant à conserver au cas où l'analyse devrait être répétée. Remplir les récipients en évitant les turbulences, jusqu'au débordement. Boucher les récipients en évitant de laisser un espace de tête. Lorsque les échantillons contiennent du chlore libre ou un autre oxydant fort, il convient d'ajouter dans le récipient du thiosulfate de sodium solide (6.3) ou un autre sel réducteur (environ 100 mg/l). De plus, pour préserver les composés aromatiques dans les eaux de surface, il convient d'abaisser le pH à 2 à l'aide d'hydrogénosulfate de sodium (6.4). D'autres acides appropriés sont également autorisés.

Les échantillons ne doivent pas être dilués si la concentration excède la gamme de travail définie par la fonction d'étalonnage car la dilution peut provoquer des pertes par évaporation des éléments à analyser. Étendre de préférence la fonction d'étalonnage ou procéder à une analyse (statique) de l'espace de tête, par exemple selon l'ISO 10301^[1] et/ou l'ISO 11423-1^[2]. Éviter de contaminer les équipements avec des échantillons sales.

La stabilité de l'analyte en question est connue comme étant dépendante de la matrice. Donc, si la matrice de l'échantillon n'a pas été évaluée, il est recommandé de procéder à l'analyse de l'échantillon de préférence le jour du prélèvement et pas plus tard que 5 jours après le prélèvement. Jusqu'à l'analyse proprement dite, conserver les échantillons à environ 4 °C, protégés de la lumière directe du soleil dans des récipients étanches.

ISO 15680:2003

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bb87b49-7106-40c9-8700-30567a8693d2/iso-15680-2003)

Si les échantillons d'eau n'ont pas à l'origine été prélevés dans les récipients appropriés pour l'échantillonneur automatique ou si l'échantillon est transféré manuellement dans le récipient pour dégazage, verser doucement un volume adéquat de l'échantillon dans le récipient approprié en évitant les turbulences ou prélever l'échantillon avec une seringue entièrement en verre en évitant de rejeter des bulles de gaz. Fermer immédiatement le récipient pour éviter les pertes des composés les plus volatils.

Il convient de procéder avec soin au prélèvement de sous-échantillons à la seringue car un vide partiel peut se former conduisant ainsi à une modification de la concentration des composés volatils dans l'échantillon.

En cas de moussage important, l'application d'agents antimoussants doit être considérée. En variante, l'échantillon doit être analysé par extraction de l'espace de tête statique ou par extraction liquide, si possible.

9 Mode opératoire analytique

9.1 Généralités

En fonction de l'instrumentation utilisée, des écarts par rapport au mode opératoire décrit sont autorisés. Ces derniers affecteront certainement les conditions de travail du mode opératoire de dégazage et de piégeage. Il convient que toutes les conditions de mesurage soient identiques pour l'échantillon et pour l'étalonnage.

9.2 Préparation

Régler le ou les instruments conformément aux instructions du fabricant. En cas d'utilisation d'un échantillonneur automatique, charger ce dernier avec les échantillons, les solutions d'étalonnage (6.6.4) et les blancs (6.6.5). Si dans la même série l'analyse porte sur des échantillons propres et sur des échantillons fortement contaminés, il est recommandé de traiter les échantillons propres en premier en raison des effets