
Air intérieur, air ambiant et air des lieux de travail — Échantillonnage et analyse des composés organiques volatils par tube à adsorption/désorption thermique/ chromatographie en phase gazeuse sur capillaire —

iTeh STANDARD PREVIEW

Partie 1:

Échantillonnage par pompage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7423047-16/iso-16017-1-2000>

Indoor, ambient and workplace air — Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube/thermal desorption/capillary gas chromatography —

Part 1: Pumped sampling



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 16017-1:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d74423e4-1878-4149-9932-12229835b0d8/iso-16017-1-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d74423e4-1878-4149-9932-12229835b0d8/iso-16017-1-2000>

© 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 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.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Termes et définitions	3
4 Principe	3
5 Réactifs et matériaux	3
6 Appareillage	6
7 Conditionnement du tube d'échantillon	7
8 Étalonnage de la pompe	7
9 Échantillonnage	8
10 Mode opératoire	9
10.1 Précautions de sécurité	9
10.2 Désorption et analyse	9
10.3 Étalonnage	11
10.4 Détermination de la concentration de l'échantillon	11
10.5 Détermination du rendement de désorption	11
11 Calculs	11
11.1 Concentration en masse de l'analyte	11
11.2 Concentration en volume de l'analyte	12
12 Interférences	12
13 Caractéristiques de performance	13
14 Rapport d'essai	13
15 Contrôle de la qualité	13
Annexe A (normative) Détermination des volumes de claquage à partir des étalons de gaz	23
Annexe B (normative) Détermination du volume de claquage à partir du volume de rétention extrapolé	24
Annexe C (informative) Description des types d'adsorbants	25
Annexe D (informative) Lignes directrices concernant la sélection des adsorbants	26
Annexe E (informative) Lignes directrices concernant l'utilisation des adsorbants	27
Annexe F (informative) Résumé des données d'incertitude globale, de fidélité, d'erreur systématique et de stockage	29
Bibliographie	31

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 16017 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 16017-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 6, *Air intérieur*.

L'ISO 16017 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Air intérieur, air ambiant et air des lieux de travail — Échantillonnage et analyse des composés organiques volatils par tube à adsorption, par désorption thermique et par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire*:

- *Partie 1: Échantillonnage par pompage*
- *Partie 2: Échantillonnage par diffusion*

Les annexes A et B constituent des éléments normatifs de la présente partie de l'ISO 16017. Les annexes C à F sont données uniquement à titre d'information.

Air intérieur, air ambiant et air des lieux de travail — Échantillonnage et analyse des composés organiques volatils par tube à adsorption/désorption thermique/chromatographie en phase gazeuse sur capillaire —

Partie 1: Échantillonnage par pompage

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16017 donne des lignes directrices générales portant sur l'échantillonnage et l'analyse des composés organiques volatils (COV) dans l'air. Elle est applicable aux atmosphères ambiantes, à l'intérieur des bâtiments et sur les lieux de travail, ainsi qu'à l'évaluation des émissions par des matériaux dans des chambres d'essai de petite taille ou en grandeur réelle.

La présente partie de l'ISO 16017 convient à un grand nombre de COV, y compris les hydrocarbures, les hydrocarbures halogénés, les esters, les éthers de glycol, les cétones et les alcools. Certains adsorbants¹⁾ sont recommandés pour l'échantillonnage de ces COV, chaque adsorbant ayant des applications particulières. Les composés fortement polaires doivent généralement être dérivés; les composés à point d'ébullition très bas sont seulement partiellement retenus par les adsorbants, selon la température ambiante, et leur évaluation ne peut être que qualitative. En revanche, les composés semi-volatils sont totalement retenus par les adsorbants mais ne peuvent être que partiellement récupérables. Les composés pour lesquels la présente partie de l'ISO 16017 a fait l'objet d'essais sont indiqués dans les tableaux. La présente partie de l'ISO 16017 peut s'appliquer à des composés non cités, mais dans ce cas il est conseillé de prévoir un tube avec une deuxième plage contenant le même adsorbant, ou un adsorbant plus puissant.

La présente partie de l'ISO 16017 est applicable au mesurage des vapeurs de COV en suspension dans l'air dans une étendue de concentrations des composés organiques individuels comprise entre 0,5 µg/m³ et 100 mg/m³ environ.

La limite supérieure de l'étendue utile est déterminée par la capacité d'adsorption de l'adsorbant utilisé et par l'étendue dynamique linéaire de la colonne et du détecteur du chromatographe en phase gazeuse ou par la capacité de séparation des échantillons des instruments d'analyse utilisés. La capacité d'adsorption est mesurée sous forme d'un volume de claquage de l'air qui détermine le volume d'air maximal ne devant pas être dépassé lors de l'échantillonnage.

La limite inférieure de l'étendue utile dépend du niveau de bruit du détecteur et des niveaux à blanc de l'analyte et/ou des artefacts d'interférences sur les tubes à adsorption. Ces artefacts sont généralement d'un ordre inférieur au nanogramme pour les Tenax GR et les adsorbants carbonés tels que les matériaux de type Carbo-pack/Carbotrap, les tamis moléculaires au carbone et les tamis moléculaires tels que le Sphero-carb, ou le charbon pur; ils correspondent à de faibles niveaux de l'ordre du nanogramme pour le Tenax TA et au niveau situé

1) Les adsorbants cités à l'annexe C et ailleurs dans la présente partie de l'ISO 16017 sont ceux qui ont un comportement connu pour être conforme à la présente partie de l'ISO 16017. Chaque adsorbant ou produit identifié par un nom de marque commerciale est unique et est produit par un seul fabricant; il peut cependant être disponible auprès de plusieurs fournisseurs. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 16017 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

entre 5 ng et 50 ng pour les autres polymères poreux tels que les Chromosorbs et les Porapaks. La sensibilité est généralement limitée à 0,5 µg/m³ pour des échantillons de 10 litres d'air pour ce dernier groupe d'adsorbants en raison de leur fond intrinsèque élevé.

Le mode opératoire spécifié dans la présente partie de l'ISO 16017 est applicable aux pompes d'échantillonnage individuelles à faible débit, et conduit à une moyenne pondérée par rapport au temps. Il n'est pas applicable au mesurage des variations instantanées ou à court terme de la concentration.

2 Références normatives

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 16017. 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 16017 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 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 6141:2000, *Analyse des gaz — Prescriptions relatives aux certificats de gaz et mélanges de gaz pour étalonnage.*

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

ISO 6145-3:1986, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes volumétriques dynamiques — Partie 3: Injections périodiques dans un flux gazeux.*

ISO 6145-4:1986, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes volumétriques dynamiques — Partie 4: Méthode d'injection continue.*

ISO 6145-5:—²⁾, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 5: Dispositifs d'étalonnage par capillaires.*

ISO 6145-6:—²⁾, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 6: Orifices critiques.*

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

EN 1076:1997, *Atmosphères des lieux de travail — Tubes à adsorption avec pompage pour la détermination des gaz et vapeurs — Exigences et méthodes d'essai.*

2) À publier.

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 16017, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

volume de claquage

volume d'atmosphère d'essai qui peut traverser le tube avant que la concentration des vapeurs d'élution n'atteigne 5 % de la concentration d'essai appliquée

NOTE 1 Le volume de claquage varie selon la vapeur et le type d'adsorbant.

NOTE 2 Voir la référence [4].

3.2

volume de rétention

volume d'élution au maximum d'un petit aliquote d'une vapeur organique séparée du tube par élution à l'aide d'air ou d'un gaz vecteur de chromatographie

4 Principe

Un volume mesuré d'air échantillonné est aspiré dans un ou plusieurs tubes à adsorption montés en série, un ou plusieurs adsorbants appropriés étant sélectionnés pour le composé ou le mélange à échantillonner. Si les adsorbants choisis sont appropriés, les composés organiques volatils sont retenus par le tube à adsorption et sont ainsi extraits du courant d'air qui circule. La vapeur récupérée (sur chaque tube) est désorbée par la chaleur et transférée via un gaz vecteur inerte dans un chromatographe en phase gazeuse muni d'une colonne capillaire et d'un détecteur à ionisation de flamme ou autre détecteur adapté, dans lequel elle est analysée. L'étalonnage d'analyse est réalisé par dopage au liquide ou à la vapeur du tube à adsorption.

[ISO 16017-1:2000](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d74423e4-1878-4149-9932-12229835b0d8/iso-16017-1-2000)

5 Réactifs et matériaux

<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d74423e4-1878-4149-9932-12229835b0d8/iso-16017-1-2000>

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

Il convient de préparer de nouvelles solutions types toutes les semaines, ou plus souvent si une détérioration est observée, par exemple des réactions de condensation entre les alcools et les cétones.

5.1 Composés organiques volatils, pour les besoins de l'étalonnage, utilisant soit le dopage au liquide (5.7 et 5.8) soit le dopage à la vapeur (5.4 à 5.6) des tubes à adsorption.

5.2 Solvant de dilution, destiné à la préparation des solutions de mélange pour le dopage au liquide (5.7). Il convient que ce solvant soit de qualité chromatographique et qu'il soit exempt de composés coéluant avec le ou les composé(s) à étudier (5.1).

NOTE Le méthanol est souvent utilisé. D'autres solvants de dilution, par exemple l'acétate d'éthyle ou le cyclohexane, peuvent être utilisés, en particulier s'il n'est pas possible qu'il se produise une réaction ou une coélution chromatographique.

5.3 Adsorbants, ayant une granulométrie comprise entre 0,18 mm et 0,25 mm (mesh 60-80).

Il convient que chaque adsorbant soit préconditionné pendant la nuit pour une durée de 16 heures avant de remplir les tubes, sous un courant de gaz inerte en le chauffant à une température d'au moins 25 °C au-dessous du maximum publié pour cet adsorbant. Afin d'éviter toute recontamination des adsorbants, il est nécessaire de les conserver dans une atmosphère propre lors du refroidissement à température ambiante, du stockage et du remplissage des tubes. Lorsque cela est possible, il convient que les températures de désorption analytique soient maintenues au-dessous de celles employées pour le conditionnement. Des tubes préremplis par le fabricant sont également disponibles pour la plupart des adsorbants et ils ne nécessitent donc qu'un conditionnement.

NOTE 1 Une granulométrie d'adsorbants supérieure à celle comprise entre 0,18 mm et 0,25 mm peut être utilisée, mais les caractéristiques de claquage données dans les Tableaux 1 à 6 peuvent être affectées. Il est déconseillé d'utiliser des étendues de granulométrie d'adsorbants inférieures en raison de problèmes de contre-pression.

NOTE 2 L'annexe C donne une description des adsorbants et l'annexe D donne des lignes directrices concernant la sélection de l'adsorbant. Il est possible d'utiliser des adsorbants équivalents. L'annexe E contient des lignes directrices pour le conditionnement et les paramètres de désorption analytique des adsorbants.

5.4 Étalons, de préférence préparés en chargeant les tubes à adsorption avec les quantités requises de composés concernés provenant des atmosphères de référence (voir 5.5 et 5.6), car cette procédure ressemble beaucoup à l'échantillonnage réel.

Si cette méthode de préparation ne peut pas être utilisée, il est possible de préparer des étalons au moyen du mode opératoire de dopage au liquide (voir 5.7 et 5.8), à condition que l'exactitude de la technique de dopage soit

- a) établie en utilisant les modes opératoires conduisant à des niveaux de dopage totalement traçables par rapport aux étalons primaires de masse et/ou de volume; ou
- b) confirmée en la comparant à des matériaux de référence (s'ils sont disponibles), à des étalons produits dans des atmosphères de référence ou à des résultats obtenus par des procédures de mesurage de référence.

NOTE Les étendues de chargement indiquées en 5.6, 5.7 et 5.8 ne sont pas obligatoires et se rapprochent de l'étendue d'application indiquée à l'article 1 pour un échantillon de 2 litres. Pour les applications spécifiques où les volumes de plus grande capacité sont utilisés pour mesurer les concentrations plus faibles, d'autres étendues de charge peuvent être plus appropriées.

5.5 Atmosphères de référence.

Préparer des atmosphères de référence de concentrations connues du ou des composés concernés à l'aide d'un mode opératoire reconnu. Les méthodes décrites dans l'ISO 6141, dans la partie appropriée de l'ISO 6145 et dans l'ISO 6349 sont adaptées. Si le mode opératoire n'est pas appliqué dans des conditions permettant d'établir la traçabilité totale des concentrations obtenues par rapport aux étalons primaires de masse et/ou de volume, ou si l'inertie chimique du système ne peut pas être garantie, les concentrations doivent être confirmées en utilisant un mode opératoire indépendant.

5.6 Tubes à adsorption type, chargés par dopage à partir d'atmosphères de référence.

Préparer des tubes à adsorption chargés en faisant passer un volume de l'atmosphère d'étalonnage précisément connu dans le tube à adsorption, par exemple à l'aide d'une pompe. Le volume de l'atmosphère échantillonnée ne doit pas dépasser le volume de claquage de la combinaison analyte/adsorbant. Après chargement, déconnecter et fermer hermétiquement le tube. Préparer de nouveaux étalons pour chaque lot d'échantillons. Préparer des atmosphères de référence équivalant à 10 mg/m³ et 100 µg/m³. Pour l'air des lieux de travail, charger les tubes à adsorption avec 100 ml, 200 ml, 400 ml, 1 l, 2 l ou 4 l de l'atmosphère à 10 mg/m³. Pour l'air ambiant ou à l'intérieur des bâtiments, charger les tubes à adsorption avec 100 ml, 200 ml, 400 ml, 1 l, 2 l, 4 l ou 10 l de l'atmosphère à 100 µg/m³.

5.7 Préparation des solutions pour le dopage au liquide.

5.7.1 Solution contenant environ 10 mg/ml de chaque composé liquide.

Peser avec précision environ 1 g de la ou des substances à étudier dans une fiole jaugée de 100 ml, en commençant par la substance la moins volatile. Compléter jusqu'à 100 ml avec du solvant de dilution (5.2), boucher la fiole et agiter pour homogénéiser.

5.7.2 Solution contenant environ 1 mg/ml de composés liquides.

Introduire 50 ml de solvant de dilution dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml de la solution en 5.7.1. Compléter jusqu'à 100 ml avec du solvant de dilution, boucher la fiole et agiter pour homogénéiser.

5.7.3 Solution contenant environ 100 µg/ml de chaque composé liquide.

Peser avec précision environ 10 mg de la ou des substances à étudier dans une fiole jaugée de 100 ml, en commençant par la substance la moins volatile. Compléter jusqu'à 100 ml avec du solvant de dilution (5.2), boucher la fiole et agiter pour homogénéiser.

5.7.4 Solution contenant environ 10 µg/ml de composés liquides.

Introduire 50 ml de solvant de dilution dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml de la solution décrite en 5.7.3. Compléter jusqu'à 100 ml avec du solvant de dilution, boucher la fiole et agiter pour homogénéiser.

5.7.5 Solution contenant environ 1 mg/ml de composés gazeux.

Pour les gaz, par exemple l'oxyde d'éthylène, il est possible de préparer une solution d'étalonnage à forte concentration de la manière suivante. Remplir de gaz un petit ballon à gaz en plastique à l'aide d'une bouteille à gaz contenant un gaz pur, pour obtenir un gaz à la pression atmosphérique. Remplir une seringue étanche au gaz, de capacité 1 ml, de ce gaz pur, puis fermer le robinet de la seringue. À l'aide d'un flacon à septum de 2 ml, ajouter 2 ml de solvant de dilution, puis fermer avec le couvercle du septum. Piquer la pointe de l'aiguille de la seringue dans le couvercle du septum jusque dans le solvant de dilution. Ouvrir le robinet et tirer légèrement le piston pour aspirer le solvant de dilution dans la seringue. L'action du gaz se dissolvant dans le solvant de dilution crée un vide, et la seringue se remplit alors de solvant. Réinjecter la solution dans la fiole. Purger la seringue deux fois avec la solution, puis réinjecter les liquides de lavage dans la fiole. Calculer la masse du gaz ajouté à l'aide des lois des gaz parfaits, à savoir 1 mole de gaz dans les conditions normales de pression et de température (273,15 K et 1 013,25 hPa) occupe un volume de 22,4 litres, mais corriger pour n'importe quelle caractéristique non idéale de gaz pur.

5.7.6 Solution contenant environ 10 µg/ml de composés gazeux.

Pour les gaz, par exemple l'oxyde d'éthylène, il est possible de préparer une solution d'étalonnage à faible concentration de la manière suivante. Remplir de gaz un petit ballon à gaz en plastique à l'aide d'une bouteille à gaz pour obtenir un gaz pur à la pression atmosphérique. Remplir une seringue étanche au gaz de 10 µl avec 10 µl de gaz pur, puis fermer le robinet de la seringue. À l'aide d'un flacon à septum de 2 ml, ajouter 2 ml de solvant de dilution, puis fermer avec le couvercle du septum. Piquer la pointe de l'aiguille de la seringue dans le couvercle du septum jusque dans le solvant de dilution. Ouvrir le robinet et tirer légèrement le piston pour aspirer le solvant de dilution dans la seringue. L'action du gaz se dissolvant dans le solvant de dilution crée un vide, et la seringue se remplit alors de solvant. Réinjecter la solution dans la fiole. Purger la seringue deux fois avec la solution, puis réinjecter les liquides de lavage dans la fiole. Calculer la masse du gaz ajouté à l'aide des lois des gaz parfaits, à savoir 1 mole de gaz dans les conditions normales de pression et de température occupe un volume de 22,4 litres, mais corriger pour n'importe quelle caractéristique non idéale de gaz pur.

5.8 Tubes types à adsorption, chargés par dopage au liquide.

Préparer des tubes à adsorption chargés en injectant des aliquotes de solutions de référence dans des tubes à adsorption propres, de la manière suivante. Installer un tube à adsorption dans l'unité d'injection (6.10) dans laquelle circulent un gaz de purge inerte et une aliquote de 1 µl à 4 µl de solution type appropriée injectée à travers le septum. Après une durée appropriée, démonter le tube et le fermer hermétiquement. Préparer de nouveaux étalons pour chaque lot d'échantillons. Pour l'air des lieux de travail, charger les tubes à adsorption avec 1 µl à 5 µl des solutions préparées en 5.7.1, 5.7.2 ou 5.7.5. Pour l'air ambiant ou l'air à l'intérieur des bâtiments, charger les tubes à adsorption avec 1 µl à 5 µl des solutions préparées en 5.7.3, 5.7.4 ou 5.7.6.

NOTE Dans le cas du méthanol, un débit de gaz de purge de 100 ml/min et une durée de purge de 5 min se sont révélés appropriés pour éliminer la plus grande partie du solvant de la solution du tube. Si d'autres solvants de dilution sont utilisés, il convient de déterminer les conditions expérimentalement.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Tubes à adsorption, compatibles avec l'appareillage de désorption thermique à utiliser (6.9).

Ce sont généralement (mais pas exclusivement) des tubes en acier inoxydable, de 6,3 mm (1/4 pouce) de diamètre extérieur, de 5 mm de diamètre intérieur et de 90 mm de longueur. Des tubes de dimensions différentes peuvent être utilisés, mais les volumes d'échantillonnage de sécurité (SSV) donnés dans les Tableaux 1 à 6 sont basés sur ces dimensions de tubes. Pour les analytes instables tels que les composés contenant du soufre, il convient d'utiliser des tubes vitrifiés ou en verre (en général de 4 mm de diamètre intérieur). L'une des extrémités du tube comporte un marquage, par exemple par une bague rayée placée à 10 mm environ de l'extrémité de l'entrée d'échantillonnage. Les tubes sont remplis d'un ou de plusieurs adsorbant(s) préconditionné(s) (5.3), de manière que la couche d'adsorbant soit située dans la zone de désorption chauffée et qu'un espace d'au moins 14 mm soit laissé libre à chaque extrémité afin de minimiser les erreurs dues à la pénétration par diffusion à de très faibles débits de pompe. Les tubes contiennent entre 200 mg et 1 000 mg d'adsorbant, suivant la densité de l'adsorbant (en général, polymère poreux de 250 mg environ ou tamis moléculaire au carbone de 500 mg ou carbone graphitisé). Les adsorbants sont retenus par des tamis en acier inoxydable et/ou par des bouchons en laine de verre désilanisée. Si plusieurs adsorbants sont utilisés dans un seul tube, il convient que ces adsorbants soient disposés par pouvoir d'adsorption croissant et qu'ils soient séparés par de la laine de verre désilanisée, l'adsorbant le plus faible étant le plus proche possible de l'extrémité de l'entrée d'échantillonnage marquée du tube.

Les adsorbants ayant des températures maximales de désorption très différentes (> 50 °C) ne doivent pas être placés dans un même tube, sinon il sera impossible de conditionner ou de désorber suffisamment le ou les adsorbants les plus stables sans entraîner de dégradation du ou des adsorbants les moins stables.

6.2 Bouchons d'extrémité du tube à adsorption.

Les tubes doivent être fermés, conformément aux exigences du paragraphe 5.6 de l'EN 1076:1997 ou équivalent, par exemple à l'aide de raccords à bouchon fileté en métal munis de joints en PTFE.

6.3 Raccords des tubes à adsorption.

Il est possible de raccorder en série deux tubes à adsorption au cours de l'échantillonnage à l'aide de raccords à bouchon fileté en métal munis de joints en PTFE.

6.4 Seringues, comprenant une seringue de précision pour liquides de 10 µl de capacité, graduée tous les 0,1 µl, une seringue de précision étanche au gaz de 10 µl de capacité, graduée tous les 0,1 µl et une seringue de précision étanche au gaz de 1 ml de capacité, graduée tous les 0,01 ml.

6.5 Pompe d'échantillonnage.

Il convient que la pompe remplisse les exigences de l'EN 1232 [10] ou d'une norme équivalente.

La pompe d'échantillonnage doit être conforme aux réglementations de sécurité locales.

6.6 Tuyaux souples en plastique ou en caoutchouc, d'environ 90 cm de longueur, de diamètre approprié pour garantir un raccord étanche à la pompe et au tube d'échantillonnage ou au support de tube, le cas échéant. Il convient d'utiliser des colliers de fixation pour maintenir le tube d'échantillonnage et la tuyauterie de raccordement.

Les tubes d'échantillonnage ne doivent pas être utilisés avec des tubes en plastique ou en caoutchouc en amont de l'adsorbant. L'utilisation de tels tubes peut en effet introduire des impuretés ou adsorber les COV prélevés.

6.7 Appareil de mesure à bulles de savon, ou autre dispositif adapté à l'étalonnage de la pompe.

Le débitmètre doit être étalonné de manière à assurer la traçabilité par rapport à l'étalon de débit primaire.

NOTE L'utilisation d'un débitmètre intégré non étalonné pour l'étalonnage des débits de pompe peut conduire à des erreurs systématiques de l'ordre de plusieurs dizaines de pour cent.

6.8 Chromatographe en phase gazeuse, muni d'un détecteur à ionisation de flamme ou de photoionisation, d'un détecteur de masse ou autre détecteur adapté, capable de détecter une injection de toluène de 0,5 ng avec un rapport signal:bruit de 5:1 au minimum.

Le chromatographe doit être relié à une colonne capillaire capable de séparer les analytes à étudier des autres composés.

6.9 Appareillage de désorption thermique, pour la désorption thermique en deux étapes des tubes à adsorption et le transfert des vapeurs désorbées dans un chromatographe en phase gazeuse par un courant de gaz inerte.

Un appareillage type contient un mécanisme permettant de maintenir les tubes à désorber pendant qu'ils sont simultanément chauffés et purgés avec du gaz vecteur inerte. La température de désorption et la durée sont réglables, ainsi que le débit du gaz vecteur. Il convient que l'appareillage présente également d'autres accessoires, tels qu'un système de chargement automatique des tubes d'échantillons, un système de vérification de l'étanchéité et un piège de condensation placé sur la ligne de transfert afin de concentrer l'échantillon désorbé (10.2). Cet échantillon, contenu dans le gaz de purge, est acheminé vers le chromatographe en phase gazeuse et la colonne capillaire via une ligne de transfert chauffée.

6.10 Système d'injection, pour préparer les étalons par dopage au liquide.

Il est permis d'utiliser un injecteur de chromatographe en phase gazeuse conventionnel pour préparer les tubes d'échantillons de référence. Cet injecteur peut être utilisé in situ, ou il peut être monté séparément. Il convient de conserver la ligne de gaz vecteur allant vers l'injecteur. Il convient d'adapter l'arrière de l'injecteur au tube d'échantillon si cela est nécessaire. Cette adaptation peut être réalisée à l'aide d'un assemblage de compression muni d'un joint torique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Conditionnement du tube d'échantillon

ISO 16017-1:2000

Avant utilisation, il convient de reconditionner les tubes en les désorbant à une température égale ou légèrement supérieure à la température de désorption analytique (voir annexe E). Le temps de conditionnement type est de 10 min avec un débit de gaz vecteur de 100 ml/min. Il convient que le courant de gaz vecteur soit dans une direction opposée à celle utilisée au cours de l'échantillonnage. Il convient alors d'analyser les tubes à l'aide des paramètres analytiques habituels afin de vérifier que le blanc de désorption thermique est suffisamment faible. Si le blanc est inacceptable, il convient de reconditionner les tubes en répétant ce mode opératoire. Une fois l'échantillon analysé, le tube peut être immédiatement réutilisé pour récupérer un nouvel échantillon. Il est toutefois conseillé de vérifier le blanc de désorption thermique si les tubes restent inutilisés pendant une période prolongée avant d'être réutilisés, ou si l'échantillonnage d'un autre analyte est envisagé. Il convient que les tubes soient fermés hermétiquement avec des bouchons filetés métalliques comportant des raccords à bague en PTFE et qu'ils soient conservés dans un récipient étanche à l'air en dehors des périodes d'échantillonnage ou de conditionnement.

NOTE Le niveau à blanc du tube à adsorption est acceptable si les pics d'artefacts ne sont pas supérieurs à 10 % des aires types des analytes à étudier.

8 Étalonnage de la pompe

Étalonner la pompe avec un assemblage de tubes à adsorption représentatifs, montés en série, en utilisant un appareil de mesure externe approprié étalonné.

Il convient que l'une des extrémités du débitmètre étalonné soit à la pression atmosphérique afin de garantir un bon fonctionnement.

9 Échantillonnage

Sélectionner un tube à adsorption (ou une combinaison de tubes) adapté au composé ou au mélange à échantillonner. L'annexe D contient des lignes directrices portant sur les adsorbants adaptés.

Si plusieurs tubes doivent être utilisés, préparer un assemblage de tubes en connectant les tubes à l'aide d'un raccord (6.3).

Fixer la pompe au tube à adsorption ou à l'assemblage de tubes à l'aide d'un tuyau souple en plastique ou en caoutchouc de manière que le tube contenant l'adsorbant le plus fort soit le plus proche de la pompe.

Il convient que l'assemblage de tubes, s'il est utilisé pour un échantillonnage individuel, soit monté à la verticale dans la zone respiratoire afin de minimiser l'effet de création de cheminements préférentiels. La pompe est fixée de manière à occasionner le moins de gêne possible. Lorsque l'assemblage de tubes est utilisé pour l'échantillonnage sur site fixe, un site d'échantillonnage convenable est choisi.

Mettre la pompe en marche et régler le débit de manière que le volume d'échantillon recommandé soit prélevé pendant la période de temps disponible. Le volume d'échantillon d'air recommandé pour les composés organiques volatils couverts par la présente partie de l'ISO 16017 est compris entre 1 litre et 10 litres. Si l'échantillon total est susceptible de dépasser 1 mg (c'est-à-dire 1 mg pour chaque tube), le volume d'échantillon doit être réduit en conséquence. Dans le cas contraire, il est possible qu'une surcharge se produise.

NOTE 1 Le rendement d'échantillonnage sera de 100 % (quantitatif), à condition de ne pas dépasser la capacité d'échantillonnage des adsorbants. En cas de dépassement de cette capacité, de la vapeur s'échappera de l'assemblage de tubes. Le volume de claquage peut être mesuré par échantillonnage à partir d'une atmosphère de vapeur normale, lors de la surveillance de l'air rejeté avec un détecteur à ionisation de flamme ou un détecteur équivalent (une méthode appropriée est décrite à l'annexe A). En alternative, au lieu de déterminer directement le volume de claquage, il est admis de déterminer le volume de rétention qui est lié à ce volume par une relation mathématique. Le volume de rétention est déterminé par chromatographie à des températures élevées, puis les résultats sont extrapolés pour la température ambiante. Une méthode adaptée est décrite à l'annexe B.

ISO 16017-1:2000

Le volume de claquage des polymères poreux varie en fonction de la température de l'air ambiant. Il diminue d'un facteur de 2 environ pour chaque augmentation de température de 10 °C. Il varie également avec le débit d'échantillonnage, diminuant fortement à des débits inférieurs à 5 ml/min ou supérieurs à 500 ml/min. Les volumes de claquage des tamis moléculaires au carbone sont moins affectés par la température et le débit; en revanche, ils diminuent fortement aux concentrations élevées en vapeur organique volatile ou en cas d'humidité relative élevée. Afin de garantir une marge de sécurité suffisante, on définit un volume d'échantillonnage de sécurité (SSV) qui ne dépasse pas 70 % du volume de claquage de 5 % (voir A.1.1) ou 50 % du volume de rétention (voir B.1). Les Tableaux 1 à 6 donnent des valeurs types pour les volumes de rétention et les volumes d'échantillonnage de sécurité. Ces valeurs ont été déterminées par la méthode chromatographique (annexe B).

NOTE 2 Les volumes d'échantillonnage de sécurité donnés dans les Tableaux 1 à 6 ont été déterminés par la méthode chromatographique (annexe B). Les mesurages par la méthode directe (annexe A) [4] indiquent que la méthode chromatographique donne une indication fiable de la capacité réelle de claquage, sauf dans des conditions de concentrations élevées ou de très forte humidité. Ces mesurages [4] indiquent que les volumes de claquage à un taux d'humidité élevé (80 %) sont inférieurs à la valeur d'humidité basse d'un facteur de 2 environ pour les polymères poreux et d'un facteur de 10 pour les adsorbants carbonés. Si des concentrations élevées [$> 300 \text{ mg/m}^3$ (100 ppm)] sont également prévues, il convient de réduire d'un facteur de 2 les volumes de claquage pour les adsorbants carbonés.

Si les volumes d'échantillonnage de sécurité pour les composés sont estimés sans être cités au Tableau 1, cette estimation est uniquement possible pour les composés étant situés entre les deux composés cités d'homologues d'un groupe chimique. Dans tous les autres cas, le volume d'échantillonnage de sécurité doit être expérimenté avec des essais appropriés (par exemple des milieux d'échantillonnage en série similaires et une analyse séparée).

Noter et enregistrer l'heure, la température, le débit ou la lecture du compteur (le cas échéant) et la pression barométrique au moment où la pompe a été mise en marche. À la fin de la période d'échantillonnage, noter et enregistrer à nouveau le débit ou la lecture du compteur, arrêter la pompe, puis noter et enregistrer l'heure, la température et la pression barométrique.