
**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

(standards.iteh.ai)

**Partie 2:
Échantillonnage par diffusion**

ISO 16017-2:2003

<https://standards.iteh.ai/standards.iteh.ai/org/iso/16017-2/2003/16017-2-2003.html> **Indoor ambient and workplace air — Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube/thermal desorption/capillary gas chromatography —**

Part 2: Diffusive 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 16017-2:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1413afd9-a5ce-4e1b-be1e-989285a2dd72/iso-16017-2-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1413afd9-a5ce-4e1b-be1e-989285a2dd72/iso-16017-2-2003>

© 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	2
3 Principe	2
4 Réactifs et matériaux	2
5 Appareillage	4
6 Conditionnement du tube d'échantillon	6
7 Échantillonnage	6
8 Mode opératoire	7
8.1 Précautions de sécurité	7
8.2 Désorption et analyse	7
8.3 Étalonnage	9
8.4 Détermination de la concentration de l'échantillon	9
8.5 Détermination du rendement de désorption	9
8.6 Étalonnage du débit de prélèvement par diffusion	10
9 Calculs	10
9.1 Concentration en masse de l'analyte	10
9.2 Concentration en volume de l'analyte	11
9.3 Débits de prélèvement par diffusion	11
10 Interférences	11
11 Caractéristiques des performances	12
12 Rapport d'essai	12
13 Contrôle de la qualité	12
Annexe A (informative) Principes de fonctionnement de l'échantillonnage par diffusion	23
Annexe B (informative) Description des types d'adsorbant	29
Annexe C (informative) Lignes directrices concernant la sélection des adsorbants	30
Annexe D (informative) Lignes directrices concernant l'utilisation des adsorbants	32
Annexe E (informative) Récapitulatif des données sur l'incertitude globale, la fidélité, l'erreur systématique et le stockage	34
Bibliographie	36

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 16017-2 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/désorption thermique/chromatographie en phase gazeuse sur capillaire*.

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

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 2: Échantillonnage par diffusion

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 à l'air intérieur, à l'air ambiant et à l'air des lieux de travail.

La présente partie de l'ISO 16017 est applicable 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 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 récupérés.

La présente partie de l'ISO 16017 est applicable au mesurage des vapeurs de COV en suspension dans l'air sur une étendue de concentration en masse des composés organiques individuels comprise entre 0,002 mg/m³ et 100 mg/m³ environ pour une durée d'exposition de 8 h, ou une étendue de concentration en masse des composés organiques individuels comprise entre 0,3 µg/m³ et 300 µg/m³ pour une durée d'exposition de quatre semaines.

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 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 correctement conditionnés et pour les adsorbants carbonés tels que les matériaux de type Carboxpack/Carbotrap, pour les tamis moléculaires carbonés tels que le Spherocarb, et pour les charbons purs; ils sont de l'ordre du nanogramme pour le Tenax TA et de 5 ng à 50 ng pour les autres polymères poreux tels que les Chromosorbs et les Porapak.

1) Les adsorbants énumérés à l'Annexe B 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.

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 16000-1, *Air intérieur — Partie 1: Aspects généraux de la stratégie d'échantillonnage*

3 Principe

L'échantillonneur (ou les échantillonneurs) par diffusion est exposé à l'air pendant une période mesurée. Le débit de prélèvement est déterminé par un préétalonnage dans une atmosphère étalon (voir 8.6). La vapeur organique migre vers le bas du tube par diffusion et est récupérée sur l'adsorbant (voir Annexe A). La vapeur récupérée (sur chaque tube) est désorbée par la chaleur et est 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 analytique s'effectue par dopage au liquide ou à la vapeur du tube à adsorption.

Des informations sur la saturation possible du lit d'adsorbant, les effets des transitoires et l'effet de la vitesse frontale sont donnés à l'Annexe A. L'Annexe A explique également la dépendance des débits de prélèvement effectifs par rapport au niveau de concentration des polluants et au temps de prélèvement par diffusion, pour les adsorbants non idéaux, qui entraîne les différences des valeurs indiquées dans les Tableaux 1 et 2. De plus amples informations sur la théorie des performances des échantillonneurs par diffusion sont données dans le prEN 13528-3 [1].

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Réactifs et matériaux

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

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

4.1 Composés organiques volatils.

Il est nécessaire d'utiliser un grand nombre de COV comme réactifs pour les besoins de l'étalonnage, soit par dopage au liquide (voir 4.7 et 4.8) soit par dopage à la vapeur (voir 4.4 à 4.6) des tubes à adsorption.

4.2 Solvant de dilution, pour préparer les solutions de mélange pour le dopage au liquide (voir 4.7).

Il convient que le solvant soit de qualité chromatographique. Il doit être exempt de composés coéluant avec le ou les composés à étudier (voir 4.1).

NOTE Le méthanol est souvent utilisé. D'autres solvants de dilution tels que 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.

4.3 Adsorbants, ayant de préférence une granulométrie comprise entre 0,18 mm et 0,25 mm (de 60 mesh à 80 mesh).

Avant de remplir les tubes, il convient que chaque adsorbant soit préconditionné pendant une nuit 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. 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. Il convient que la mise au rebut des adsorbants soit effectuée selon les pratiques normales de laboratoire.

NOTE L'Annexe C donne des lignes directrices concernant la sélection de l'adsorbant. Il est possible d'utiliser des adsorbants équivalents. L'Annexe D contient des lignes directrices pour le conditionnement et les paramètres de désorption analytique des adsorbants. Dans la plupart des cas, les adsorbants peuvent être utilisés pour les mesurages de l'air à l'intérieur des bâtiments, ainsi que pour les mesurages de l'air ambiant et de l'atmosphère des lieux de travail.

4.4 Étalons.

Les étalons sont de préférence préparés en chargeant les tubes à adsorption avec les quantités requises de composés concernés provenant des atmosphères étalons (voir 4.5 et 4.6) car ce mode opératoire ressemble beaucoup au prélèvement 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 4.7 et 4.8) à condition que l'exactitude de la technique de dopage soit:

- 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 confirmée en la comparant à des matériaux de référence, s'ils sont disponibles;
- ou confirmée en la comparant à des étalons produits dans des atmosphères étalons;
- ou confirmée en la comparant à des résultats de modes opératoires de mesurage de référence.

4.5 Atmosphères étalons, de concentrations connues du ou des composés concernés.

Préparer les atmosphères étalons à l'aide d'une méthode indépendante. Les méthodes décrites dans l'ISO 6141 et dans plusieurs parties de l'ISO 6145 conviennent (voir la Bibliographie). 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 de génération ne peut pas être garantie, les concentrations doivent être confirmées en utilisant un mode opératoire indépendant.

4.6 Tubes à adsorption étalons, chargés par dopage à partir d'atmosphères étalons.

Préparer les tubes à adsorption chargés en faisant passer un volume exactement connu de l'atmosphère étalon 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 étalons d'une concentration en masse équivalant à 10 mg/m³ et à 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.

4.7 Solutions pour le dopage au liquide.

4.7.1 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 (4.2), boucher la fiole et agiter pour homogénéiser.

4.7.2 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 préparée en 4.7.1. Compléter jusqu'à 100 ml avec du solvant de dilution, boucher la fiole et agiter pour homogénéiser.

4.7.3 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 (4.2), boucher la fiole et agiter pour homogénéiser.

4.7.4 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 préparée en 4.7.3. Compléter jusqu'à 100 ml avec du solvant de dilution, boucher la fiole et agiter pour homogénéiser.

4.7.5 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 du gaz pur, pour obtenir un gaz pur à la pression atmosphérique. Remplir une seringue étanche au gaz de 1 ml avec 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 (1 013,25 hPa et 273,15 K) occupe un volume de 22,4 l.

4.7.6 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 l.

4.8 Tubes à adsorption étalons chargés par dopage au liquide.

Préparer les tubes à adsorption chargés en injectant des aliquotes de solutions étalons dans des tubes à adsorption propres, de la manière suivante. Installer un tube à adsorption dans l'unité d'injection (5.7) dans laquelle circule un gaz de purge inerte à 100 ml/min et injecter à travers le septum un aliquote de 1 µl à 4 µl de solution étalon appropriée. Au bout de 5 min, déconnecter et fermer hermétiquement le tube. 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 4.7.1, 4.7.2 ou 4.7.5. 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 4.7.3, 4.7.4 ou 4.7.6.

5 Appareillage

Utiliser un appareillage de laboratoire courant et les dispositifs suivants.

5.1 Tubes à adsorption.

Ces tubes doivent être compatibles avec l'appareillage de désorption thermique à utiliser (5.6). Ce sont généralement (mais pas exclusivement) des tubes en acier inoxydable, de 6,3 mm (1/4 in) 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 débits de prélèvement par diffusion donnés au Tableau 1 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). Marquer l'une des extrémités du tube, par exemple par une bague rayée, à 10 mm environ de l'extrémité arrière du tube de prélèvement (par diffusion). Les tubes sont remplis avec des adsorbants préconditionnés de manière à ce que la couche d'adsorbant soit située dans la zone de désorption chauffée et qu'un espace important d'environ 14 mm soit laissé libre à l'extrémité marquée (de diffusion) du tube.

Les débits de prélèvement donnés dans le Tableau 1 sont donnés pour des tubes ayant un espace nominal (entre la couche d'adsorbant et le bouchon de l'extrémité de diffusion) d'au moins 14 mm. Dans la pratique, les dimensions des tubes remplis varient ^[2] et il convient de rejeter les tubes ayant un espace (entre l'écran en acier inoxydable maintenant la couche d'adsorbant et l'extrémité du tube) hors de la plage comprise entre 14,0 mm et 14,6 mm.

Les tubes contiennent entre 200 mg et 1 000 mg d'adsorbant, suivant la densité de l'adsorbant, soit en général environ 250 mg de polymère poreux ou 500 mg de tamis moléculaire carboné ou de carbone graphitisé. Les adsorbants sont retenus par un tamis en acier inoxydable à l'extrémité de diffusion et par un bouchon en laine de verre désilicisée et/ou par un second tamis en acier inoxydable placé à l'autre extrémité.

5.2 Bouchons d'extrémité du tube à adsorption.

Les tubes doivent être fermés hermétiquement, par exemple à l'aide de raccords à bouchon fileté en métal munis de joints en PTFE.

5.3 Bouchons d'extrémité d'échantillonnage du tube à adsorption.

Le bouchon d'extrémité de diffusion est semblable à celui décrit en 5.2, mais il permet la pénétration de la vapeur par un tamis métallique, l'ouverture étant de même diamètre que la section transversale du tube.

Certaines versions de bouchons d'extrémité comportent une membrane en silicone à proximité du tamis.

5.4 Seringues.

Une seringue de précision pour liquides, de 10 µl, graduée tous les 0,1 µl; une seringue de précision étanche aux gaz, de 10 µl, graduée tous les 0,1 µl; et une seringue de précision étanche aux gaz, de 1 ml, graduée tous les 0,01 ml.

5.5 Chromatographe en phase gazeuse, muni d'un détecteur à photoionisation de flamme, d'un détecteur 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 à 1 au minimum, et comprenant une colonne capillaire de chromatographe en phase gazeuse capable de séparer les analytes à étudier des autres composés.

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

Un appareillage type contient un mécanisme permettant de maintenir les tubes à désorber pendant leur chauffage et purge simultanée avec du gaz vecteur inerte. La température et la durée de désorption 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 (8.2). L'échantillon désorbé, contenu dans le gaz de purge, est acheminé vers le chromatographe en phase gazeuse et la colonne capillaire via une ligne de transfert chauffée.

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

Il est permis d'utiliser un injecteur conventionnel de chromatographe en phase gazeuse pour préparer les étalons de tubes de prélèvement. L'injecteur peut être utilisé in situ ou monté séparément. Il convient de conserver la ligne de gaz vecteur allant vers l'injecteur et, si cela est nécessaire, d'adapter l'arrière de

l'injecteur au tube de prélèvement. Cette adaptation peut être réalisée à l'aide d'un assemblage de compression muni d'un joint torique.

6 Conditionnement du tube de prélèvement

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 D) pendant 10 min avec un courant de gaz vecteur de 100 ml/min au minimum. Il convient que le courant de gaz vecteur soit dirigé vers l'extrémité arrière du tube de prélèvement par diffusion afin d'éviter la contamination des adsorbants. 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 petit. 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 le prélèvement 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 de prélèvement ou de conditionnement.

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

7 Échantillonnage

Sélectionner un ou des tubes à adsorption appropriés pour le composé ou le mélange à échantillonner. L'Annexe B et les Tableaux 1 et 2 contiennent des lignes directrices portant sur les adsorbants adaptés.

Immédiatement avant le prélèvement, retirer le bouchon de stockage de l'extrémité marquée du tube de prélèvement et le remplacer par un bouchon d'extrémité de diffusion. S'assurer que le bouchon de diffusion est correctement positionné et que le bouchon de l'autre extrémité est en place.

Il convient que le ou les tubes, s'ils sont utilisés pour un prélèvement individuel, soient installés dans la zone respiratoire. Lorsqu'ils sont utilisés pour le prélèvement sur site fixe, choisir un site convenable. Pour l'air intérieur, se reporter à l'ISO 16000-1; pour l'air ambiant, les recommandations concernant le choix du site et la protection des échantillons contre les conditions environnementales défavorables sont données à l'Annexe A et dans le prEN 13528-3 [1]. Trois points essentiels doivent être pris en compte: la vitesse de l'air, la protection contre les précipitations et la sécurité. De plus amples informations sont données dans les alinéas suivants, en A.5 et dans la référence [1].

Exposer les tubes de prélèvement uniquement à des conditions dans lesquelles il est probable que l'exigence de la vitesse frontale soit remplie. Pour les tubes spécifiés en 5.1 avec des bouchons d'extrémité décrits en 5.3, la vitesse du vent (vitesse de l'air) n'a pas de répercussion. D'autres dispositifs peuvent être soumis à des exigences différentes, y compris une vitesse du vent minimale.

Les instruments servant à mesurer des vitesses du vent aussi basses que 0,007 m/s ne sont généralement pas disponibles. Il peut donc s'avérer nécessaire de mesurer la vitesse du vent indirectement. L'utilisateur doit également être prévenu de l'influence possible des vitesses du vent très élevées (supérieures à 12 m/s) pour lesquelles des données de performance ne sont pas disponibles actuellement.

La durée d'exposition recommandée pour les COV couverts par la présente partie de l'ISO 16017 est de 8 h pour la surveillance des lieux de travail et de quatre semaines pour la surveillance de l'air ambiant et de l'air à l'intérieur des bâtiments. Il est possible de réaliser un prélèvement sur des périodes plus courtes, jusqu'à 30 min pour la surveillance des lieux de travail et une semaine pour la surveillance de l'air ambiant et de l'air à l'intérieur des bâtiments, mais l'étendue de concentrations faisant l'objet d'une surveillance sera modifiée en conséquence. Par exemple, pour une période de prélèvement de 4 h, l'étendue de travail s'étend environ de 0,004 mg/m³ à 200 mg/m³.

NOTE Les étendues de travail spécifiées dans le Domaine d'application (voir Article 1) pour 8 h et pour quatre semaines ne sont pas équivalentes car elles dépendent de l'adsorbant choisi, des différents débits de prélèvement par diffusion et des différentes applications pratiques.

Noter et enregistrer l'heure, la température et la pression barométrique au début de la période de prélèvement. À la fin de la période de prélèvement, noter et enregistrer à nouveau l'heure, la température et la pression barométrique.

Remplacer le bouchon d'extrémité de diffusion par un bouchon d'extrémité de stockage, puis rendre étanche. Il convient que les tubes comportent une étiquette unique. Il convient de ne pas utiliser de peintures ni de marqueurs contenant des solvants ou d'étiquettes adhésives pour étiqueter les tubes.

Si les échantillons ne doivent pas être analysés dans les 8 h suivantes, les placer dans un récipient propre, sans revêtement, hermétiquement clos, en métal ou en verre.

Enregistrer la température de l'air et la pression barométrique régulièrement au cours du prélèvement si l'on souhaite exprimer les concentrations par rapport à des conditions spécifiques (voir 9.1).

Il convient de préparer les blancs de terrain en utilisant des tubes identiques à ceux utilisés pour le prélèvement et de les soumettre au même mode opératoire de manipulation que les tubes de prélèvement, à l'exception de la période réelle de prélèvement. Pour les blancs de terrain, des bouchons d'extrémité remplacent les bouchons de diffusion. Étiqueter ces blancs de manière appropriée.

8 Mode opératoire

8.1 Précautions de sécurité

La présente partie de l'ISO 16017 ne vise pas à traiter de tous les éventuels problèmes liés à la sécurité, associés à son utilisation. Il relève de la responsabilité de l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 16017 d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer la possibilité d'appliquer les limitations réglementaires avant l'utilisation de la présente partie de l'ISO 16017.

8.2 Désorption et analyse

8.2.1 Désorption

Le tube à adsorption est placé dans un appareillage de désorption thermique compatible. L'air est purgé du tube afin d'éviter les artefacts chromatographiques dus à l'oxydation thermique de l'adsorbant ou de la phase stationnaire du chromatographe en phase gazeuse. Ensuite, chauffer le tube pour déplacer les vapeurs organiques dans le chromatographe en phase gazeuse via un courant de gaz vecteur. Le courant de gaz à ce stade doit être dirigé vers l'extrémité arrière du tube de prélèvement par diffusion, c'est-à-dire qu'il convient que l'extrémité marquée du tube soit la plus proche de l'entrée de la colonne du chromatographe en phase gazeuse. Il convient que le débit du gaz dans le tube soit de l'ordre de 30 ml/min à 50 ml/min pour un rendement de désorption optimal. Au cours de la période de purge, il convient de veiller à ce que le tube ne soit pas trop chauffé.

NOTE 1 Pour la purge initiale de l'air, il est généralement nécessaire d'utiliser 10 fois le volume du tube (à savoir entre 20 ml et 30 ml) de gaz inerte afin de déplacer totalement le volume d'air (de 2 ml à 3 ml) contenu dans le tube. Cependant, s'il faut utiliser des adsorbants fortement hydrophiles, il peut être nécessaire d'utiliser une purge plus grande afin de réduire l'air absorbé et l'eau et afin d'empêcher toute formation de glace obturant le piège de condensation.

L'échantillon désorbé occupe un volume de plusieurs millilitres de gaz, et la concentration préalable est par conséquent essentielle pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire. Ceci peut être réalisé à l'aide d'un petit piège de condensation d'adsorbant secondaire refroidi pouvant être désorbé suffisamment rapidement à de faibles débits (< 5 ml/min) pour réduire le plus possible l'élargissement de bande et produire des pics compatibles avec les capillaires. Sinon, un piège secondaire vide, ou un piège contenant un matériau inerte, tel que des billes de verre, peut également être utilisé pour préconcentrer l'échantillon, mais ces pièges nécessitent généralement un refroidissement au-dessous de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

L'échantillon désorbé peut aussi passer directement dans le chromatographe en phase gazeuse (désorption en une seule étape) où il doit être refocalisé. Ceci requiert en général une colonne à rapport de phase élevé (par exemple, épaisseur de film de 5 µm, diamètre intérieur compris entre 0,2 mm et 0,32 mm) et une température de départ inférieure à la température ambiante.

Si le piège secondaire de condensation d'adsorbant n'est pas disponible et si les températures de cryofocalisation du capillaire au-dessous de zéro sont utilisées pour préconcentrer les analytes, il convient d'éliminer totalement l'eau du tube d'échantillon avant la désorption afin d'empêcher que la formation de glace bloque le tube capillaire et arrête le processus de désorption thermique.

NOTE 2 Si un piège secondaire de condensation d'adsorbant n'est pas disponible et si des débits optimaux de désorption du tube d'échantillon compris entre 30 ml/min et 50 ml/min sont utilisés, un rapport de division minimal de 30:1 à 50:1 est généralement requis pour le fonctionnement des colonnes capillaires haute résolution. La désorption thermique en une étape peut ainsi limiter la sensibilité.

Il convient de sélectionner les conditions de désorption de manière à ce que la désorption à partir du tube d'échantillon soit complète et qu'aucune perte d'échantillon ne se produise dans le piège secondaire, le cas échéant. Les paramètres types sont les suivants:

Température de désorption	250 °C à 325 °C
Durée de désorption	5 min à 15 min
Débit de désorption	30 ml/min à 50 ml/min
Piège de condensation, basse temp.	+ 20 °C à – 180 °C, suivant le type de piège de condensation
Piège de condensation, temp. élevée	250 °C à 350 °C
Adsorbant du piège de condensation	généralement identique aux tubes, 40 mg à 100 mg, si utilisé
Gaz vecteur	hélium
Rapports de division	il convient de sélectionner les rapports de division entre le tube d'échantillon et le piège secondaire et entre le piège secondaire et la colonne d'analyse (si applicable) en fonction de la concentration atmosphérique attendue (voir les lignes directrices des fabricants respectifs de l'appareillage de désorption thermique)

NOTE 3 La température de désorption dépend de l'analyte et de l'adsorbant utilisé. Les recommandations pour les températures de désorption maximales pour les adsorbants particuliers sont données dans les Annexes A et C. En raison de leur instabilité thermique potentielle, les amines volatils secondaires et tertiaires et certains composés polyhalogénés ayant un ou deux atomes de carbone, en particulier les composés bromés, peuvent présenter une certaine dégradation thermique.

8.2.2 Analyse

Régler la température de passage du courant d'échantillon (température de la ligne de transfert) à une valeur suffisamment élevée pour empêcher la condensation de l'analyte mais pas assez élevée pour entraîner sa dégradation. Les analytes suffisamment volatils pour être présents dans la phase vapeur dans l'air à la température ambiante ne requièrent généralement pas des températures de passage de courant supérieures à 150 °C. Toutefois, certains types d'appareillages peuvent nécessiter des températures plus élevées.

Régler le chromatographe en phase gazeuse pour l'analyse des composés organiques volatils. Il est possible d'utiliser plusieurs sortes de colonnes de chromatographie pour l'analyse de ces composés. Leur choix dépend largement de la présence éventuelle de composés pouvant perturber l'analyse chromatographique. Des exemples types sont les colonnes en silice fondue de 50 m × 0,22 mm à film épais (de 1 µm à 5 µm) de diméthylsiloxane ou à phase stationnaire cyanopropyle, phényle et méthylsiloxane (7 %, 7 % et 86 %). Des

conditions opératoires types de ces colonnes sont une programmation de température allant de 50 °C à 250 °C à 5 °C/min, avec un temps de maintien initial de 10 min à 50 °C.

Il convient de faire passer la colonne capillaire ou, de préférence, un tube de silice fondue désactivée, sans phase, par la ligne de transfert depuis l'appareillage de désorption thermique jusqu'au chromatographe en phase gazeuse, de manière qu'elle soit aussi proche que possible de l'adsorbant dans le piège de condensation ou aussi proche que possible du tube dans un désorbeur en une étape. Le tube intérieur doit être inerte et les volumes morts doivent être réduits le plus possible. Une (ou plusieurs) vanne de division est placée de façon appropriée à l'entrée et/ou à la sortie du piège secondaire. La vanne de division à la sortie du piège secondaire peut être située à l'entrée ou à la sortie de la ligne de transfert. Les rapports de division dépendent de l'application.

NOTE Les rapports de division les moins élevés conviennent pour les mesurages de l'air ambiant (généralement 1:1 à 10:1) et de l'air à l'intérieur des bâtiments (généralement 1:1 à 20:1); les rapports les plus élevés conviennent pour les mesurages de l'air des lieux de travail (généralement 100:1 à 1 000:1).

Il convient de ne pas considérer la correspondance du temps de rétention sur une colonne unique comme une preuve d'identité.

8.3 Étalonnage

Analyser chaque tube à absorption étalon (4.6 ou 4.8) par désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse.

Préparer une courbe d'étalonnage en traçant le logarithme décimal des aires des pics de l'analyte corrigées par rapport aux blancs, sur l'axe des ordonnées, en fonction du logarithme décimal de la masse de l'analyte, en microgrammes, sur le tube à adsorption étalon correspondant aux solutions préparées en 4.7 ou aux atmosphères décrites en 4.5.

8.4 Détermination de la concentration de l'échantillon

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1413afd9-a5ce-4e1b-be1e->

Analyser les échantillons et les blancs d'échantillons comme décrit en 8.3 pour les étalons. Déterminer l'aire du pic et lire sur la courbe d'étalonnage la masse de l'analyte dans l'échantillon désorbé [3].

8.5 Détermination du rendement de désorption

Il convient de vérifier le rendement de désorption en comparant la réponse chromatographique d'un tube à adsorption étalon (8.3) à celle obtenue en injectant des aliquotes des solutions étalons ou l'atmosphère directement dans le chromatographe en phase gazeuse. Ainsi, préparer une seconde courbe d'étalonnage avec l'aire de pic en fonction de la masse de l'analyte comme indiqué en 8.3, mais en utilisant les solutions préparées en 4.7 ou l'atmosphère décrite en 4.6. Il convient que cet étalonnage soit identique ou pratiquement identique à celui présenté en 8.3. Le rendement de désorption est la réponse du tube étalon divisée par celle de l'étalon liquide correspondant injecté directement. Si le rendement de désorption est inférieur à 95 %, modifier les paramètres de désorption en conséquence.

Certaines marques de désorbeurs thermiques ne disposent pas de système d'injection directe de liquide. Dans ce cas, et lorsque les tubes chargés sont préparés à partir de l'atmosphère de mélange pour étalonnage, il convient de vérifier le rendement de désorption en comparant la courbe d'étalonnage de la substance concernée (voir 4.1) à celle du *n*-hexane. Il convient que le rapport entre la pente de la courbe d'étalonnage de la substance concernée et celle du *n*-hexane soit identique au facteur de réponse relative pour ce composé. Les facteurs de réponse pour d'autres composés peuvent être calculés approximativement à partir des nombres de carbone réels [1]. Si le rapport des pentes des courbes d'étalonnage ne correspondent pas au facteur de réponse relatif à 10 % près, modifier les paramètres de désorption en conséquence.