
**Qualité de l'air des lieux de travail —
Échantillonnage et analyse des composés
organiques volatils par désorption au
solvant/chromatographie en phase
gazeuse —**

**Partie 1:
Méthode d'échantillonnage par pompage**

*Workplace air quality — Sampling and analysis of volatile organic
compounds by solvent desorption/gas chromatography —
Part 1: Pumped sampling method*



PDF – Exonération de responsabilité

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

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16200-1:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6593e7a2-5cf9-4fce-935c-ffd5c9c542a7/iso-16200-1-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6593e7a2-5cf9-4fce-935c-ffd5c9c542a7/iso-16200-1-2001>

© ISO 2001

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	1
3 Principe	2
4 Réactifs et matériaux	2
5 Appareillage	5
6 Échantillonnage	6
7 Mode opératoire	7
8 Calculs	9
9 Interférences	10
10 Fidélité et erreur systématique	10
11 Stockage et transport	11
12 Rapport d'essai	11
13 Maîtrise de la qualité	11
Annexe A (informative) Description des types d'adsorbants	23
Annexe B (informative) Équivalence des phases stationnaires de chromatographie en phase gazeuse	24
Annexe C (informative) Détermination du volume de claquage	25
Bibliographie	27

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 16200 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 16200-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*.

L'ISO 16200 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'air des lieux de travail — Échantillonnage et analyse des composés organiques volatils par désorption au solvant/chromatographie en phase gazeuse*:

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6593e7a2-5c9-4fce-935c-1d5c9e542a7/iso-16200-1-2001>

- *Partie 1: Méthode d'échantillonnage par pompage*
- *Partie 2: Méthode d'échantillonnage par diffusion*

Les annexes A, B et C de la présente partie de l'ISO 16200 sont données uniquement à titre d'information.

Qualité de l'air des lieux de travail — Échantillonnage et analyse des composés organiques volatils par désorption au solvant/chromatographie en phase gazeuse —

Partie 1: Méthode d'échantillonnage par pompage

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16200 donne des lignes directrices générales pour l'échantillonnage et l'analyse des composés organiques volatils (COV) dans l'air par désorption au solvant/chromatographie en phase gazeuse en utilisant une pompe d'échantillonnage.

La présente partie de l'ISO 16200 s'applique à de nombreux COV, y compris les hydrocarbures, les hydrocarbures halogénés, les esters, les éthers de glycol, les cétones et les alcools. Certains adsorbants sont recommandés pour l'échantillonnage de ces COV, chaque adsorbant ayant un domaine d'application différent. Le charbon actif de coques de noix de coco est cependant fréquemment utilisé. Des composés à forte polarité peuvent nécessiter une dérivation. Des composés présentant un point d'ébullition bas seront partiellement retenus par les adsorbants et peuvent seulement faire l'objet d'une estimation qualitative. Les composés semi-volatils seront retenus en totalité par les adsorbants mais peuvent, le cas échéant, seulement être récupérés partiellement.

Le seuil supérieur du domaine utile est déterminé par la capacité d'adsorption de l'adsorbant utilisé et par l'étendue dynamique linéaire de la colonne de chromatographie et du détecteur ou par la capacité de séparation des échantillons des instruments d'analyse utilisés. Le seuil inférieur du domaine utile dépend du niveau de bruit du détecteur et des niveaux de blanc, sur le tube à adsorption ou dans le solvant de désorption, de l'analyte et/ou des artefacts donnant lieu à des interférences. Les artefacts sont en général d'un ordre inférieur au nanogramme pour le charbon actif, mais des niveaux plus élevés d'hydrocarbures aromatiques ont été relevés dans certains lots.

Le domaine de concentration sur lequel la présente partie de l'ISO 16200 s'applique pour la mesure de vapeurs de COV dans l'air dépend du volume échantillonné. Par exemple, pour un échantillon d'air de 10 l, le domaine de concentration des composés organiques considérés individuellement est compris entre environ 1 mg/m³ et 1 000 mg/m³. Pour un échantillon d'air de 1 l, il est compris entre environ 10 mg/m³ et 10 000 mg/m³, proportionnellement.

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 16200. 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 16200 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.

EN 1232, *Air des lieux de travail — Pompes pour l'échantillonnage individuel des agents chimiques — Exigences et méthodes d'essai*

EN 1540, *Atmosphères des lieux de travail — Terminologie*

3 Principe

Un volume mesuré d'air échantillonné est passé dans un (ou plusieurs) tubes à adsorption en série, un (ou plusieurs) adsorbant(s) approprié(s) étant sélectionné(s) pour le composé ou le mélange à échantillonner. Lorsque des adsorbants appropriés sont utilisés, les composés organiques volatils sont retenus dans le tube à adsorption et ainsi extraits du flux d'air circulant. La vapeur recueillie est désorbée avec un solvant, en général du sulfure de carbone, puis la solution est analysée à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur à ionisation de flamme, d'un spectromètre de masse ou de tout autre détecteur sélectif.

4 Réactifs et matériaux

Pour l'analyse, utiliser seulement des réactifs de qualité analytique.

4.1 Composés organiques volatils

Une grande diversité de COV sont requis comme substances de référence pour des besoins d'étalonnage.

4.2 Solvant de désorption

Il convient que le solvant de désorption ou d'éluion, généralement le sulfure de carbone, soit de qualité chromatographique. Il doit être exempt de composés coéluant avec les substances étudiées. Les Tableaux 1 et 2 présentent des solvants de désorption recommandés pour des vapeurs particulières (voir 7.5).

Lorsque cela est nécessaire (voir note 2), il est recommandé d'ajouter un adjuvant de solvant de désorption dans une concentration suffisante pour garantir une solution homogène dans les échantillons désorbés. Le diméthylformamide peut être approprié pour cette utilisation.

NOTE 1 Le sulfure de carbone est généralement recommandé pour la désorption de composés non polaires à partir du charbon actif. Il n'existe aucun solvant de désorption universel idéal pour les composés polaires et les mélanges de composés polaires et non polaires. Le dichlorométhane, le méthanol, les alcools supérieurs, le diméthylformamide et l'acétonitrile ont été utilisés comme éluants seuls ou mélangés entre eux ou avec du sulfure de carbone. Les méthodes OSHA 07 et 100 [1] et les méthodes NIOSH 1301, 1400, 1401, 1402, 1403 relatives aux cétones et aux alcools [2] donnent des exemples de solvants de désorption appropriés autres que le sulfure de carbone pur.

NOTE 2 L'utilisation du sulfure de carbone comme solvant de désorption peut entraîner des problèmes lorsque des analytes polaires sont recueillis dans des atmosphères humides. Les analytes polaires peuvent être solubles dans la phase aqueuse, qui se forme après désorption avec le sulfure de carbone lorsque la quantité d'eau recueillie avec l'échantillon est suffisante.

4.3 Adsorbants

4.3.1 Charbon actif

Des tubes préremplis par le fabricant avec du charbon préconditionné sont disponibles et ne nécessitent pas de conditionnement supplémentaire. Les tubes peuvent également être préparés par l'utilisateur. Une granulométrie de 0,35 mm à 0,85 mm est recommandée. Avant de remplir les tubes, le charbon doit être chauffé en atmosphère inerte, par exemple de l'azote très pur, à environ 600 °C pendant 1 h. Afin d'éviter toute recontamination du charbon, celui-ci doit être conservé sous atmosphère propre pendant le refroidissement à température ambiante, le stockage et le remplissage des tubes.

La capacité d'adsorption et l'efficacité de désorption peuvent varier entre différents lots de charbon actif. Lors de l'utilisation de tubes disponibles dans le commerce, il convient qu'ils proviennent du même lot et qu'ils soient disponibles en nombre suffisant pour permettre une performance stable sur une période définie.

NOTE Le charbon actif est généralement produit à partir de coques de noix de coco. Pour certaines applications, l'utilisation de charbon à base de pétrole est recommandée (voir les Tableaux 1 et 2). Certains fabricants recommandent du carbone synthétique en alternative au charbon d'origine biologique.

4.3.2 Autres adsorbants

Il est possible d'utiliser des adsorbants autres que le charbon pour certaines applications (voir Tableaux 1 et 2).

NOTE Une description des types d'adsorbants est donnée dans l'annexe A. Il est possible d'utiliser des adsorbants équivalents.

4.4 Étalons

Des solutions de mélanges étalons sont nécessaires afin de comparer les concentrations des solutions désorbées (7.3) avec celles des solutions étalons dans l'analyse chromatographique en phase gazeuse. Il convient de préparer ces solutions de manière à permettre leur traçabilité par rapport aux normes nationales.

Un étalon interne est facultatif. S'il est utilisé, il convient qu'il ne cause pas d'interférence avec les composés étudiés et que l'adsorbant ne puisse pas l'extraire du solvant d'éluion. Dans le cadre de cette méthode, l'objectif de l'étalon interne est de corriger les petites variations du volume d'injection. L'utilisation d'un étalon interne dans le but de corriger l'efficacité de désorption (par exemple de l'acétate de *n*-propyle dans le cadre de l'analyse de l'acétate de *n*-butyle) n'est pas recommandée. Il convient que l'efficacité de la désorption soit déterminée directement avec les composés étudiés (7.5).

Les temps de stockage des solutions d'étalonnage diffèrent en fonction de l'application. En général, il convient que des dilutions fraîches de sulfure de carbone soient préparées chaque semaine, ou plus souvent en cas de décomposition ou d'évaporation.

NOTE Lors de l'analyse de mélanges complexes, des mélanges pour étalonnage peuvent être préparés avec des composés purs avant la dilution avec le solvant d'éluion. Trois exemples de mélanges pour étalonnage sont énoncés ci-après. Ils ont été utilisés pour l'analyse de mélanges de solvants de peintures, de diluants, d'adhésifs, de produits de nettoyage et de divers produits commerciaux. Les composés sont prévus pour donner des pics résolus sur les phases BP-1 et BP-10¹⁾. D'autres mélanges peuvent être plus appropriés sur des colonnes différentes ou pour d'autres applications. Dans les exemples cités ci-après, les mélanges pour étalonnage 1-3 sont stables pendant au moins un an lorsqu'ils sont stockés à une température inférieure à 4 °C dans des bouteilles en verre sombre équipées de bouchons filetés revêtus de PTFE

- a) Le mélange 1 comporte les constituants suivants: *n*-hexane, *n*-heptane, *n*-octane, *n*-décane, *n*-undécane, *n*-dodécane, benzène, toluène, *o*-xylène, *p*-xylène, *n*-propylbenzène, isopropylbenzène, *o*-éthyltoluène, *m*-éthyltoluène, *p*-éthyltoluène, 1,2,4-triméthylbenzène, 1,3,5-triméthylbenzène, acétate de *n*-propyle, acétate de *n*-butyle, acétate d'isobutyle, acétate de butoxyéthyle.
- b) Le mélange 2 comporte les constituants suivants: isopropanol, isobutanol, *n*-butanol, 1-méthoxy-2-propanol, butoxyéthanol, toluène, éthylbenzène, 1,2,3-triméthylbenzène, acétate d'éthyle, acétate d'éthoxyéthyle.
- c) Le mélange 3 comporte les constituants suivants: acétone, 2-butanone, 4-méthyl-2-pentanone, cyclohexanone, 2-méthylcyclohexanone, 3-méthylcyclohexanone, 4-méthylcyclohexanone, acétate d'isopropyle, *n*-nonane, toluène.

4.4.1 Solution contenant environ 10 mg/ml de chaque composant liquide

Peser 1 g de la (ou des) substance(s) étudiée(s) dans une fiole jaugée de 100 ml, en commençant par la substance la moins volatile. Compléter avec du solvant de désorption (4.2) jusqu'à 100 ml, boucher et agiter pour mélanger.

4.4.2 Solutions contenant environ 1 mg/ml de composants liquides

Verser 50 ml de solvant de désorption dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml de la solution 4.4.1. Compléter avec du solvant de désorption jusqu'à 100 ml, boucher et agiter pour mélanger.

¹⁾ BP-1 et BP-10 sont des exemples de phases appropriées disponibles dans le commerce. Ces informations sont seulement données à titre informatif pour faciliter l'utilisation de la présente partie de l'ISO 16200 et ne constituent aucunement un cautionnement de ces produits par l'ISO. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est possible de démontrer qu'ils permettent d'obtenir les mêmes résultats. L'annexe B donne une liste non exhaustive de produits supposés équivalents.

4.4.3 Solution contenant environ 100 µg/ml de chaque composant liquide

Peser 10 mg de la (ou des) substance(s) étudiée(s) dans une fiole jaugée de 100 ml, en commençant avec la substance la moins volatile. Compléter avec du solvant de désorption (4.2) jusqu'à 100 ml, boucher et agiter pour mélanger.

4.4.4 Solution contenant environ 10 µg/ml de composants liquides

Verser 50 ml de solvant de désorption dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml de la solution 4.4.3. Compléter avec du solvant de désorption jusqu'à 100 ml, boucher et agiter pour mélanger.

4.4.5 Solution contenant environ 1 mg/ml de composants gazeux

Pour les gaz, par exemple l'oxyde d'éthylène, une solution d'étalonnage de forte concentration peut être préparée comme suit. Préparer du gaz pur à pression atmosphérique en remplissant un petit sac en plastique à partir d'une bouteille de gaz. Remplir une seringue de précision de 1 ml, étanche au gaz (5.8) avec 1 ml de gaz pur et fermer la valve de la seringue. Utiliser un flacon à septum de contenance appropriée, ajouter 2 ml de solvant de désorption et fermer avec le bouchon à septum. Insérer l'extrémité de l'aiguille de la seringue à travers le septum, dans le solvant de désorption. Ouvrir la valve et retirer le piston doucement pour que le solvant de désorption puisse pénétrer dans la seringue. L'action du gaz qui se dissout dans le solvant de désorption crée un vide, et la seringue se remplit de solvant. Remettre la solution dans le flacon. Rincer la seringue deux fois avec la solution et ajouter les liquides de lavage dans le flacon. Calculer la masse du gaz ajouté à l'aide des lois des gaz, à savoir que 1 mole de gaz à température et à pression normales occupe 22,4 litres.

4.4.6 Solution contenant environ 10 µg/ml de composants gazeux

Pour les gaz, par exemple l'oxyde d'éthylène, une solution d'étalonnage de faible concentration peut être préparée comme suit. Préparer du gaz pur à pression atmosphérique en remplissant un petit sac en plastique (ou en toute autre matière inerte) à partir d'une bouteille de gaz. Remplir une seringue de précision 10 µl, étanche au gaz (5.8) avec 10 µl de gaz pur et fermer la valve de la seringue. Utiliser un flacon à septum de contenance appropriée, ajouter 2 ml de solvant de désorption et fermer avec le bouchon à septum. Insérer l'extrémité de l'aiguille de la seringue à travers le septum dans le solvant de désorption. Ouvrir la valve et retirer le piston doucement pour que le solvant de désorption puisse pénétrer dans la seringue. L'action du gaz qui se dissout dans le solvant de désorption crée un vide, et la seringue se remplit de solvant. Remettre la solution dans le flacon. Rincer la seringue deux fois avec la solution et ajouter les liquides de lavage dans le flacon. Calculer la masse du gaz ajouté à l'aide des lois des gaz, à savoir que 1 mole de gaz à température et à pression normales occupe 22,4 litres.

4.5 Mélange d'atmosphères pour étalonnage (pour 4.6 et annexe B)

Préparer les atmosphères étalons de concentrations connues du (des) composé(s) étudié(s) en utilisant une méthode reconnue. Les méthodes décrites dans l'ISO 6141, l'ISO 6145 et l'ISO 6349 sont appropriées. Si la procédure n'est pas appliquée dans des conditions permettant d'établir une traçabilité totale des concentrations produites par rapport aux étalons primaires, confirmer les concentrations obtenues à l'aide d'une procédure indépendante.

4.6 Étalons pour la détermination de l'efficacité de désorption (pour 7.5)

Préparer des tubes à adsorption chargés en faisant passer un volume connu avec exactitude d'atmosphère de référence dans le tube à adsorption, par exemple au moyen d'une pompe ou d'un régulateur de débit massique. Le volume de l'atmosphère échantillonnée ne doit pas excéder le volume de claquage de la combinaison analyte-adsorbant (annexe B). Après le chargement, le tube est déconnecté et fermé hermétiquement.

S'il est impossible de générer des atmosphères de référence, les étalons peuvent être préparés à l'aide d'une méthode de dopage au liquide, à condition que l'exactitude de la technique de dopage soit établie à l'aide de procédures permettant d'obtenir des niveaux de dopage traçables par rapport aux étalons primaires de masse et/ou de volume, ou soit confirmée par une procédure indépendante.

Charger les tubes à adsorption en injectant des aliquotes de solutions étalons (4.4) de masse ou de volume connu avec exactitude dans les tubes à adsorption propres comme suit: un tube à adsorption est monté sur une pièce

en T dont une extrémité est dotée d'un septum ou un dispositif d'injection d'un chromatographe en phase gazeuse par lequel du gaz de purge inerte passe à 100 ml/min. Injecter une aliquote de 1 µl à 4 µl par le septum et purger pendant 5 min. Déconnecter le tube et fermer hermétiquement.

5 Appareillage

Appareillage de laboratoire courant, et

5.1 Tube à adsorption

Un tube d'échantillonnage, généralement composé d'un tube en verre dont les deux extrémités sont scellées à la flamme, de 70 mm de long, ayant un diamètre externe de 6 mm et un diamètre interne de 4 mm et contenant deux sections d'adsorbant. Dans le cas du charbon, la section d'adsorption contient 100 mg de charbon et la section secondaire en contient 50 mg. Les sections sont séparées et leurs contenus sont maintenus en place à l'aide de matériaux inertes, par exemple des tampons de laine de verre (de préférence silanisée).

Les tubes en verre doivent être maintenus dans des supports de protection pour ne pas risquer de se casser.

L'efficacité de désorption (D) doit être vérifiée pour chaque lot de tubes en utilisant l'une des méthodes décrites en 4.6. Si D est inférieure à 0,75 (75 %), les tubes ne doivent pas être utilisés (mais voir ci-après).

Des tubes satisfaisant à ces exigences sont disponibles dans le commerce. Ils peuvent néanmoins être également fabriqués par l'utilisateur. Des tubes en métal peuvent également être utilisés, avec des bouchons d'extrémité appropriés. Il convient que les échantillonneurs de fabrication maison ne soient utilisés que s'il est possible de démontrer qu'ils présentent des propriétés d'adsorption reproductibles et constantes.

Lorsque des mélanges d'analytes non polaires sont désorbés avec du sulfure de carbone pur, l'effet de concentration mutuel sur D est généralement négligeable. Si la composition d'un mélange d'analytes polaires et non polaires est connue de façon approximative, il convient que les valeurs D soient déterminées avec un mélange similaire. Il peut être impossible de dépasser 75 % pour D pour tous les composants de ce mélange en utilisant un seul solvant de désorption. S'il est possible d'établir que la valeur D est cohérente et qu'aucun solvant plus adapté n'a été trouvé, un compromis peut être acceptable, bien qu'il soit préférable, dans la mesure du possible, de prélever un second échantillon et d'optimiser des conditions de désorption pour les analytes polaires et non polaires.

NOTE 1 Deux tubes avec une section unique peuvent être utilisés en série à la place des tubes à deux sections disponibles dans le commerce. Cela permet d'éviter de stocker les tubes à des températures subambiantes après l'échantillonnage afin d'empêcher la migration des composés adsorbés d'une section à l'autre.

NOTE 2 Des tampons en polyuréthane peuvent être utilisés à la place de la laine de verre silanisée. Il est cependant connu qu'ils adsorbent certains pesticides [3] pour lesquels la présente partie de l'ISO 16200 ne s'applique pas.

NOTE 3 Lorsqu'il est souhaitable d'échantillonner des composés très volatils sur des périodes longues ou à un débit très important, un dispositif d'échantillonnage de taille plus grande peut être utilisé à condition que les proportions du tube et du charbon qu'il contient soient dans le même rapport que les dimensions de base afin d'obtenir de façon nominale le même débit linéaire et la même durée de contact avec la couche de charbon.

5.2 Bouchons d'extrémité, réalisés pour s'adapter parfaitement sur les tubes à adsorption (5.1) afin d'empêcher toute fuite ou contamination et constitués d'une matière inerte, comme le polyéthylène.

5.3 Pompe d'échantillonnage, devant remplir les exigences de l'EN 1232 ou d'une norme équivalente.

Il convient que la pompe d'échantillonnage soit conforme aux réglementations de sécurité locales en vigueur.

5.4 Tuyaux, en plastique ou caoutchouc, mesurant environ 90 cm de long et de diamètre approprié pour garantir un raccord à l'épreuve des fuites à la fois sur la pompe et sur le tube d'échantillonnage ou le support du tube, le cas échéant. Des clips doivent être fournis pour maintenir le tube à adsorption et le tuyau de connexion à la zone de la boutonnière de l'utilisateur.

Il n'est pas recommandé d'utiliser des tubes avec un tuyau en amont de l'adsorbant car ceci peut entraîner des pertes d'échantillon.

5.5 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme, d'un détecteur à photo-ionisation, d'un spectromètre de masse ou de tout autre détecteur approprié, capable de détecter une injection de 0,5 ng de toluène avec un rapport signal-bruit d'au moins 5 à 1.

Une colonne de chromatographe en phase gazeuse capable de séparer les analytes étudiés des autres composants. Des colonnes en silice fondue de 50 m × 0,22 mm avec des phases stationnaires BP-1 ou BP-10 sont des exemples de choix appropriés. Une épaisseur de film type se situe dans la plage de 0,5 µm à 2,0 µm. Des conditions de fonctionnement types pour ces colonnes peuvent consister en une programmation de température allant de 50 °C à 200 °C, à 5 °C/min, avec un débit de gaz vecteur (hélium) égal à 0,7 ml/min à 0,8 ml/min. L'annexe B donne une liste des phases équivalentes.

5.6 Injecteur automatique

Ces injecteurs sont disponibles dans le commerce avec des plateaux pour échantillons à refroidissement par liquide et sont appropriés à l'analyse de solvants volatils.

5.7 Verrerie jaugée, ayant un volume connu avec exactitude, destinée à être utilisée pour la préparation de solutions de mélange pour étalonnage (4.4).

5.8 Seringues précises étanches au gaz, ayant des volumes connus avec précision de 1,0 ml et de 10 µl, avec des graduations de 0,1 ml et de 1,0 µl, respectivement.

5.9 Débitmètre, du type à bulles de savon, ou tout autre dispositif approprié destiné à l'étalonnage du débit de pompes d'échantillonnage. Il convient que les indications du débitmètre soient étalonnées de façon à être traçables par rapport à un étalon de débit primaire. (standards.iteh.ai)

NOTE L'utilisation des indications d'un rotamètre non étalonné pour l'étalonnage des débits de la pompe peut entraîner des erreurs systématiques de plusieurs dizaines de pour cents.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6593e7a2-5cf9-4fce-935c-ffd5c9c542a7/iso-16200-1-2001>

6 Échantillonnage

6.1 Réglage de la pompe

Régler le débit de la pompe reliée à un montage de tube(s) à adsorption représentatif à l'aide du débitmètre interne, de sorte que le volume d'échantillon recommandé soit prélevé dans le temps imparti. Il convient que le débit ne soit pas supérieur à 200 ml/min (voir annexe C et EN 1076). Le volume d'échantillon doit être inférieur au volume de claquage (6.2, annexe C). Régler la pompe en utilisant un débitmètre étalonné externe approprié (5.9). Il convient qu'une extrémité du débitmètre étalonné soit à la pression atmosphérique, pour garantir un fonctionnement correct. Des informations complémentaires sur le réglage de la pompe figurent en [4].

6.2 Généralités

Sélectionner un échantillonneur adapté pour le composé ou le mélange à échantillonner. L'annexe A donne des lignes directrices concernant les adsorbants appropriés. Des méthodes publiées donnant plus d'informations sur l'échantillonnage et les détails d'analyse pour des COV spécifiques sont référencées dans les Tableaux 2 et 3. Les références bibliographiques donnent des détails de débits appropriés et de durées d'échantillonnage recommandées pour les COV particuliers. Pour la plupart des COV, un volume d'échantillon d'au moins 10 l peut être prélevé sans qu'il se produise de claquage sur un tube de dimensions standards (5.1). Pour d'autres COV plus volatils, le volume d'échantillonnage de sécurité peut être largement inférieur, et un tube standard peut ne pas avoir une capacité suffisante pour échantillonner pendant 8 h complètes. Une concentration moyenne pondérée sur 8 h peut être déterminée à partir des résultats de deux échantillons consécutifs ou plus; il est également possible d'utiliser un tube d'échantillonnage de taille supérieure.

Casser les deux extrémités du tube d'échantillonnage pour l'ouvrir en s'assurant que le diamètre de chaque orifice est au moins égal à la moitié du diamètre interne du tube. Insérer le tube dans son support protecteur et le relier à la pompe d'échantillonnage (arrêtée) avec le tuyau de connexion disposé de sorte que la section secondaire (50 mg) soit la plus proche de la pompe.

Lors de l'utilisation pour un échantillonnage individuel, monter l'échantillonneur dans la zone respiratoire (comme défini dans l'EN 1540). Lors de l'utilisation pour un échantillonnage en un emplacement fixe, choisir un site d'échantillonnage approprié. Dans chacun des cas, il convient que l'échantillonneur soit monté en position verticale pour réduire le plus possible la formation de canaux d'air dans les sections d'adsorbant.

Enclencher la pompe au moment de commencer l'échantillonnage. Noter l'heure et le débit, ou les indications du dispositif de mesure, si approprié, au moment de l'enclenchement de la pompe. À la fin de la période d'échantillonnage, noter l'heure et le débit, ou les indications du dispositif de mesure, et arrêter la pompe. Normalement, le volume échantillonné est le produit de la moyenne des débits initial et final par le temps écoulé, ou est calculé à partir des indications d'une pompe à débit automatiquement contrôlé. Cependant, si la différence entre les débits initial et final est supérieure à 10 %, il convient de rejeter l'échantillon.

Déconnecter le montage du (des) tube(s) d'échantillonnage et fermer hermétiquement les deux extrémités de chaque tube avec les bouchons d'extrémité (5.2). Il convient d'étiqueter les tubes de manière univoque, par exemple en les gravant. Il convient de ne pas utiliser de peintures ou de marqueurs contenant des solvants ou d'étiquettes adhésives pour l'étiquetage des tubes.

Enregistrer la température de l'air et la pression barométrique régulièrement lors de l'échantillonnage si ceci est nécessaire soit pour exprimer des concentrations par rapport à des conditions spécifiques (8.1, note), soit pour exprimer des concentrations en fractions volumiques (8.2).

NOTE 1 L'efficacité d'échantillonnage sera égale à 100 %, à condition que la capacité d'échantillonnage de l'adsorbant ne soit pas dépassée. Si la capacité est dépassée, de la vapeur passera de la première section vers la deuxième. Les références des Tableaux 1 et 2 donnent des valeurs indicatives pour des volumes de claquage de composés individuels. Le volume de claquage est défini et peut être déterminé comme spécifié dans l'annexe C.

NOTE 2 Le volume de claquage varie selon la température de l'air ambiant, l'humidité relative, la concentration de vapeur échantillonnée et d'autres contaminants et selon le débit d'échantillonnage. Une augmentation de l'un de ces paramètres entraîne une réduction du volume de claquage. La section secondaire peut être utilisée comme un moyen de vérification du claquage dans des conditions réelles. Il est également possible d'utiliser deux tubes ou plus en parallèle avec différents volumes d'échantillon («volumes d'échantillon répartis»).

Il convient de préparer des témoins de terrain en utilisant des tubes identiques à ceux utilisés pour l'échantillonnage et en les soumettant aux mêmes manipulations que les échantillons, à l'exception de l'échantillonnage proprement dit. Étiqueter ces blancs.

7 Mode opératoire

7.1 Précautions de sécurité

La présente partie de l'ISO 16200 n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 16200 d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

7.2 Conservation

Si les échantillons ne sont pas destinés à être analysés dans les 8 h, ils doivent être placés dans un récipient en métal ou en verre propre, hermétique et sans revêtement.

Il convient que les échantillons de matériaux très volatils, comme le chlorure de vinyle, soient stockés dans de la neige carbonique ou au congélateur, selon leur volatilité; les matériaux moins volatils peuvent être mis au réfrigérateur, à ≤ 5 °C.

7.3 Désorption

Analyser les échantillons dès que possible.

Dans chacun des cas, effectuer la désorption sous atmosphère propre, sous une hotte. Désorber les blancs de la même manière que les échantillons.

À l'aide d'une pipette, déposer 1,0 ml de solvant de désorption (4.2) dans un flacon à septum de contenance appropriée, puis boucher le flacon immédiatement. Entailler le tube à adsorption contenant l'échantillon au début de la première section (la plus grande) et casser le tube pour l'ouvrir. Retirer la laine de verre et la jeter. Ouvrir le flacon et transférer la première section d'adsorbant dans le solvant de désorption, puis reboucher. Agiter le flacon de temps en temps sur une période de 30 min pour assurer une désorption maximale. Renouveler le même mode opératoire pour la section secondaire en utilisant un flacon différent.

Lors de l'utilisation de tubes à adsorption contenant plus de 100 mg + 50 mg d'adsorbant, utiliser un flacon plus grand et un volume de solvant de désorption proportionnellement plus important. D'autres volumes de solvant de désorption peuvent être utilisés pour des applications particulières.

Pour la désorption des échantillons de matériaux très volatils, comme le chlorure de vinyle, il convient que le flacon et le solvant de désorption soient préalablement refroidis avant l'addition du solvant.

7.4 Analyse

Configurer le chromatographe en phase gazeuse pour l'analyse de composés organiques volatils. Il est possible d'utiliser différentes colonnes chromatographiques pour l'analyse de ces composés (voir 5.5). Le choix dépend en grande partie de la présence, le cas échéant, de composés susceptibles d'interférer lors de l'analyse chromatographique.

Injecter un volume fixe connu (1 µl à 5 µl) de chaque solution-étalon (4.4) dans le chromatographe en phase gazeuse. Il est souhaitable d'utiliser une technique d'injection normalisée de manière à obtenir des hauteurs ou des surfaces de pics reproductibles.

NOTE En général, pour une série d'injections répétées, il convient que l'écart-type relatif soit inférieur à ± 2 %. Des échantillonneurs automatiques atteignent généralement une valeur inférieure à ± 1 %.

Injecter le même volume fixe de solution de l'échantillon désorbé dans le chromatographe en phase gazeuse. Relever sur la courbe d'étalonnage la concentration de l'analyte de l'échantillon désorbé. Analyser le blanc et les échantillons utilisés pour déterminer l'efficacité de désorption de la même manière.

Il convient de ne pas considérer une correspondance du temps de rétention sur une seule colonne comme une preuve d'identité. Les indices de rétention d'environ 160 COV sur les phases BP-1 et BP-10 sont donnés dans Tableau 3. Ils constituent un guide utile pour l'ordre d'élution sur ces phases ou leur équivalent proche mais ne sont pas invariables car des valeurs exactes dépendent du programme de température, du débit du gaz vecteur et d'autres facteurs.

Si la section secondaire contient plus de 10 % de l'échantillon ou d'un COV quelconque, l'échantillon doit être considéré comme non fiable et éliminé [2].

7.5 Détermination de l'efficacité de désorption

Les efficacités de désorption (D) des COV peuvent varier selon le type et le lot d'adsorbant utilisé. Il est par conséquent nécessaire de déterminer D pour chaque type d'adsorbant et chaque analyte sur le domaine de concentration de l'échantillon. Les échantillons sont préparés comme décrit en 4.6, désorbés comme décrit en 7.3 et analysés comme décrit en 7.4. D correspond alors à la quantité récupérée divisée par la quantité appliquée.

En alternative au dopage liquide (4.6, 7.3, 7.4), la méthode d'équilibre des phases peut être appliquée. Dans cette méthode, des volumes de solutions étalons connus avec exactitude sont ajoutés à l'adsorbant d'échantillonneurs