



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 16703

ISO/TC 190/SC 3

Secrétariat: **DIN**

Début du vote
2001-10-25

Vote clos le
2002-03-25

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Qualité du sol — Dosage des huiles minérales par chromatographie en phase gazeuse

Soil quality — Determination of mineral oil content by gas chromatography

ICS 13.080.10

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 16703](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-b6fe3bfe7c3a/iso-dis-16703)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-b6fe3bfe7c3a/iso-dis-16703>

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

Notice de droits d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

*Responsable des droits d'auteur
Secrétariat central de l'ISO
1 rue de Varembé
1211 Genève 20 Suisse
tél. + 41 22 749 0111
fax + 41 22 734 1079
internet iso@iso.ch*

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 16703](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-b6fe3bfe7c3a/iso-dis-16703)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-b6fe3bfe7c3a/iso-dis-16703>

Sommaire

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Interférences	2
5 Principe	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	4
8 Echantillonnage, conservation des échantillons et prétraitement	4
9 Mode opératoire	5
9.1 Dosage à blanc	5
9.2 Méthode d'extraction	5
9.3 Dosage par chromatographie en phase gazeuse	5
9.4 Contrôle qualité	7
10 Exactitude (précision et fidélité)	7
11 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes en phase gazeuse pour des étalons d'huiles minérales et des échantillons de sol	9
Annexe B (informative) Détermination du domaine d'ébullition des huiles minérales à partir du chromatogramme en phase gazeuse	12
Annexe C (informative) Résultats d'un essai interlaboratoire effectué sur des huiles minérales dosées par chromatographie en phase gazeuse et détection par ionisation de flamme	13

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente/du présent Norme internationale 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 16703 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 16703](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-b6fe3bfe7c3a/iso-dis-16703)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-b6fe3bfe7c3a/iso-dis-16703>

Qualité du sol — Dosage des huiles minérales par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage quantitatif par chromatographie en phase gazeuse des huiles minérales (hydrocarbures) contenues dans des échantillons de sol bruts prélevés *in situ*.

Cette méthode est applicable à des teneurs en huiles minérales comprises entre 100 mg/kg et 1 000 mg/kg de matière sèche.

NOTE Si des limites de détection inférieures sont requises, il est possible d'utiliser comme solvant d'extraction de l'éther de pétrole en combinaison avec de larges volumes d'injection ou de concentration de l'extrait final.

La présente méthode permet de doser comme huile minérale tous les hydrocarbures ayant un domaine d'ébullition compris entre 175 °C et 525 °C, les *n*-alcane entre C₁₀H₂₂ et C₄₀H₈₂, les isoalcane, les cycloalcane, les alkylbenzène, les alkylnaphtalène et les composés aromatiques polycycliques.

Elle ne permet pas de doser quantitativement des essences contenant des composés inférieurs à C₁₀.

Compte tenu de la forme des pics du chromatogramme en phase gazeuse et du point d'ébullition des différents alcanes indiqués à l'annexe A, il est possible de déterminer le domaine d'ébullition approximatif des huiles minérales et de recueillir quelques informations qualitatives sur la composition des polluants.

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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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 8466-1:1990, *Qualité de l'eau - Etalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance - Partie 1 : Evaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*.

ISO/DIS 10381-1, *Qualité du sol - Echantillonnage - Partie 1 : Lignes directrices pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*.

ISO/TR 11046, *Qualité du sol - Dosage des huiles minérales - Méthode par spectrométrie à l'infrarouge et méthode par chromatographie en phase gazeuse*.

ISO 11464 :1994, *Qualité du sol - Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*.

ISO 11465 :1993, *Qualité du sol - Détermination de la teneur en matière sèche et en eau pondérale - Méthode gravimétrique*.

ISO/FDIS 14507, *Qualité du sol - Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques.*

ISO/FIS 15009, *Qualité du sol - Détermination par chromatographie en phase gazeuse des teneurs en hydrocarbures aromatiques volatils, en naphthalène et en hydrocarbures halogénés volatils - Méthode par purge et piégeage avec désorption thermique.*

ISO/FDIS 9377-2 :2000, *Qualité de l'eau - Détermination de l'indice hydrocarbure - Partie 2 : Méthode par extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse.*

prEN 14039 :2000, *Caractérisation des déchets - Détermination de la teneur en hydrocarbures par chromatographie en phase gazeuse dans la plage C₁₀ - C₄₀.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

huile minérale

ensemble des composés extractibles à l'acétone/*n*-heptane (2 + 1) qui ne s'adsorbent pas sur le florisil et peuvent être analysés par chromatographie en phase gazeuse sur une colonne capillaire non polaire avec des temps de rétention situés entre celui du *n*-décane (C₁₀H₂₂) et celui du *n*-tétracontane (C₄₀H₈₂)

NOTE Les substances répondant à cette définition sont principalement des hydrocarbures aromatiques substitués aliphatiques, alicycliques, polycycliques ou alkylés à longue chaîne ou ramifiés.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Interférences

ISO/DIS 16703

Les composés non polaires ou faiblement polaires (par exemple les hydrocarbures halogénés) ou les fortes concentrations de composés polaires peuvent interférer avec le dosage.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-b01629c73a/iso-dis-16703>

5 Principe

Une quantité connue d'un échantillon de sol homogénéisé est extraite par agitation mécanique ou traitement aux ultrasons à l'aide d'acétone/*n*-heptane. Après addition d'eau, la phase organique est séparée. Les composés polaires sont éliminés par adsorption sur du florisil. Une aliquote de l'extrait purifié est analysé par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire puis détection par ionisation de flamme. L'aire totale des pics est mesurée dans la plage séparant les étalons *n*-décane et *n*-tétracontane et la teneur en huiles minérales de l'échantillon est quantifiée par rapport à un étalon externe composé, en quantités égales, de deux types différents d'huile minérale.

NOTE D'autres solvants non polaires (par exemple éther de pétrole, cyclohexane, *n*-hexane) peuvent être employés à la place de l'heptane mais leur aptitude à l'emploi pour l'extraction des huiles minérales du sol doit être démontrée.

6 Réactifs

6.1 Tous les réactifs doivent en général être de qualité analytique reconnue et adaptés à leur objectif spécifique.

6.2 **Acétone**, (CH₃)₂CO ;

6.3 **Heptane**, C₇H₁₆ ;

6.4 **Florisil**, de granulométrie comprise entre 150 µm et 250 µm (maille 60 à 100), chauffé pendant au moins 16 h à 140 °C et conservé dans un dessiccateur sur un tamis moléculaire ;

NOTE Les cartouches disponibles dans le commerce sont également utilisables.

6.5 Sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4), chauffé pendant au moins 2 h à 550 °C ;

6.6 Solution d'essai de stéarate de stéaryle ($\text{C}_{36}\text{H}_{72}\text{O}_2$)

Mettre en solution 100 mg de stéarate de stéaryle dans 100 ml de *n*-heptane [6.3].

6.7 Solution étalon correspondant à la fenêtre de temps de rétention (RWT), contenant du *n*-tétracontane et du *n*-décane ;

Peser exactement environ 30 mg de *n*-tétracontane dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre complètement dans un volume approprié de *n*-heptane [6.3], ajouter 30 µl de *n*-décane (environ 21 mg) ; bien homogénéiser et compléter au volume avec du *n*-heptane.

NOTE 1 Le *n*-tétracontane n'est que modérément soluble dans le *n*-heptane. Un léger chauffage et/ou un traitement aux ultrasons accélère la mise en solution.

NOTE 2 La solution doit être utilisée à tous les stades de dilution de l'étalon d'huiles minérales (6.8).

NOTE 3 Cette solution doit être conservée à température ambiante.

6.8 Etalon d'huiles minérales

Mettre en solution des quantités égales en masse de deux différents types d'huile minérale dans la solution étalon interne [6.7] pour obtenir une teneur en hydrocarbures totaux d'environ 8 g/l et une teneur en C_{40} d'environ 30 mg/l.

(standards.itech.ai)

Les solutions d'étalonnage peuvent être préparées par dilution d'une aliquote de cette solution étalon (6.8) avec la solution étalon interne (6.7).

ISO/DIS 16703

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-4e2a00000000/iso-dis-16703>

Il convient que le premier type (par exemple un carburant diesel) donne des pics discrets sur le chromatogramme en phase gazeuse comme le montre la Figure A.1 de l'annexe A (partie gauche du chromatogramme). Il convient que le second type ait un domaine d'ébullition supérieur à celui du premier type et présente une bosse sur le chromatogramme comme le montre la Figure A.1 de l'annexe A (partie droite du chromatogramme). Ce type d'huile est par exemple une huile lubrifiante sans additif.

NOTE Des étalons d'huile minérale sont disponibles auprès de :

Fachgruppe I.2
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Richard Willstätter-str. 11
D-12489 Berlin – Allemagne ¹⁾

6.9 Solution étalon de mesure de la performance du système

Mélange, en quantités égales en masse, de *n*-alcanes ayant un nombre de carbone pair compris entre C_{10} et C_{40} , dissous dans du *n*-heptane (6.3), chacun des *n*-alcanes étant présent à une teneur de 50 mg/l environ.

NOTE 1 Cette solution sert à vérifier l'aptitude à l'emploi du système de chromatographie en phase gazeuse pour la résolution des *n*-alcanes ainsi que pour la réponse du détecteur.

NOTE 2 Cette solution est utilisée pour donner des informations sur les temps de rétention des *n*-alcanes afin de caractériser les hydrocarbures dans les échantillons.

1) Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ces produits.

NOTE 3 Compte tenu de la possibilité de recristallisation du *n*-tétracontane, cette solution doit être conservée à température ambiante.

7 Appareillage

7.1 Verrerie courante de laboratoire, à nettoyer par calcination ou rinçage avec de l'acétone (6.2) puis à sécher avant utilisation.

7.2 Dispositifs d'extraction : agitateur mécanique à mouvement horizontal donnant au moins 120 mouvements d'agitation par minute, ou bain à ultrasons.

7.3 Centrifugeuse de laboratoire capable de produire une accélération d'au moins 1 500 g.

7.4 Chromatographe en phase gazeuse équipé d'un système à injection non discriminatoire (de préférence sur colonne ou à injection par vaporisation thermoprogrammable (PTV)), d'une colonne capillaire et d'un détecteur à ionisation de flamme (FID).

NOTE L'utilisation d'un système à injection de grand volume peut améliorer considérablement la limite de détection.

7.5 Colonne capillaire en verre de silice fondue ayant l'une des phases stationnaires et les dimensions suivantes :

Phase stationnaire	non polaire, par exemple polydiméthylsiloxane immobilisée à 100 %, polydiméthyl (95 %)-diphényl (5 %)siloxane, polymère de siloxane modifié, etc.
Longueur	10 m à 25 m
Diamètre interne	0,1 mm à 0,32 mm
Epaisseur de film	0,1 µm à 1,0 µm


 (standards.iteh.ai)
 ISO/DIS 16703
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-b6fe3bfe7c3a/iso-dis-16703>

La colonne doit donner une séparation avec un retour à la ligne de base pour les *n*-alcanes dans la solution étalon de mesure de la performance du système (6.9).

NOTE Il convient de préférer les colonnes à stabilité thermique et faible relargage de phase.

7.6 Système de données capable d'intégrer l'aire totale du chromatogramme, de compenser le relargage de phase de la colonne et de réintégrer l'aire après avoir défini une nouvelle ligne de base.

7.7 Tubes centrifuges en verre d'un volume d'environ 80 ml, à bouchon vissé contenant un joint à face interne en polytétrafluoréthylène (PTFE).

7.8 Tube à essai de 25 ml à bouchon en verre rodé.

8 Echantillonnage, conservation des échantillons et prétraitement

L'échantillonnage doit être réalisé conformément à l'ISO 10381-1 après coordination avec le laboratoire d'analyse.

Il convient de conserver les échantillons à l'abri de la lumière dans un récipient hermétique, à une température d'environ 4 °C et de procéder à l'extraction dans la semaine qui suit.

9 Mode opératoire

9.1 Dosage à blanc

Pour chaque série d'échantillons, procéder à un dosage à blanc suivant 9.2 en utilisant tous les réactifs en quantités identiques mais sans l'échantillon.

9.2 Méthode d'extraction

Peser exactement environ 20 g d'échantillon de sol brut homogénéisé ou prétraité conformément à l'ISO 14507 dans le tube centrifuge de 80 ml (7.7) et ajouter 20 ml d'acétone (6.2). Après une courte agitation manuelle, ajouter 10,0 ml de solution étalon RTW (6.7). Fermer le tube et extraire l'échantillon pendant 30 min par agitation mécanique ou traitement aux ultrasons (7.2).

Ajouter environ 30 ml d'eau distillée, agiter pendant 1 min et centrifuger pendant le temps suffisant pour obtenir la séparation des phases. A l'aide d'une pipette, transférer la couche organique exempte de matière solide dans un tube centrifuge de 80 ml (7.7). Remplir le tube d'eau et agiter pendant 1 min. A l'aide d'une pipette, transférer la couche organique dans un tube à essai de 25 ml à bouchon en verre rodé (7.9) et ajouter 0,25 g à 0,5 g de sulfate de sodium (6.5). Après un court moment d'agitation (5 s à 10 s), ajouter 3,0 g de florisol (6.4) et agiter de nouveau pendant 10 min sur l'agitateur mécanique. Après stabilisation, transférer une prise d'essai de l'extrait purifié dans un flacon et analyser par chromatographie en phase gazeuse.

NOTE 1 Une extraction accélérée au solvant (ASE) avec un mélange d'acétone et de *n*-heptane (2 + 1) à 14 MPa et à 100 °C donne également des résultats satisfaisants.

NOTE 2 Au lieu d'agiter l'extrait avec du florisol pour éliminer les composés polaires, il est plus efficace de procéder à un nettoyage sur une mini-colonne garnie de florisol.

NOTE 3 Si l'on obtient une indication que les composés interférents ne sont pas éliminés, comme cela peut être le cas avec des sols à forte teneur en éléments organiques, répéter la purification avec la même quantité de florisol frais ou davantage de florisol.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240af081-2b59-40e6-8c71-b6fe3bf7c3a/iso-dis-16703>

9.3 Dosage par chromatographie en phase gazeuse

9.3.1 Essai de la performance du système de chromatographie en phase gazeuse

Utiliser pour l'analyse chromatographique une colonne capillaire présentant l'une des phases stationnaires spécifiées (7.5). Régler le chromatographe (7.4) de manière à obtenir une séparation optimale. Séparer les *n*-alcane de la solution étalon d'évaluation de la performance du système (6.9) avec retour à la ligne de base. La réponse relative du *n*-tétracontane (C₄₀) doit être d'au moins 0,8 par rapport au *n*-eicosane (C₂₀).

Voir l'annexe A pour avoir un exemple des conditions de chromatographie en phase gazeuse.

9.3.2 Essai de la répétabilité

Enregistrer le chromatogramme en phase gazeuse du relargage de phase de la colonne par injection d'un volume de *n*-heptane. Injecter ensuite trois fois le même volume de la solution étalon d'huiles minérales (6.8) de concentration convenable et enregistrer le chromatogramme de chaque injection. Corriger les trois chromatogrammes pour tenir compte du relargage de phase et calculer la moyenne des aires des pics ainsi mesurées et l'écart-type correspondant. Le coefficient de variation ne doit pas dépasser 5 %.

9.3.3 Etalonnage

Lorsque la méthode est utilisée pour la première fois et/ou à chaque fois que l'appareillage ou l'opérateur change, effectuer un étalonnage de base conformément à l'ISO 8466-1, avec une détermination de la limite de détection et de la limite de quantification.