
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

iTeh STANDARD PREVIEW

Soil quality — Gas chromatographic determination of the content of volatile aromatic hydrocarbons, naphthalene and volatile halogenated hydrocarbons — Purge-and-trap method with thermal desorption

[ISO 15009:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93b20a-70cb-4668-8ff-99a4228c969c/iso-15009-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93b20a-70cb-4668-8ff-99a4228c969c/iso-15009-2002>



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 15009:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93b20a-70cb-4668-8ff-99a4228c969c/iso-15009-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93b20a-70cb-4668-8ff-99a4228c969c/iso-15009-2002>

© ISO 2002

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	2
5 Préparation des solutions étalon	4
6 Appareillage	5
7 Échantillonnage, conservation et prétraitement de l'échantillon	8
8 Mode opératoire	8
8.1 Détermination à blanc	8
8.2 Teneur en matière sèche	8
8.3 Extraction	8
8.4 Purge et piégeage	8
8.5 Analyse par chromatographie en phase gazeuse	9
9 Calcul	10
9.1 Principe	10
9.2 Mode opératoire	11
10 Expression des résultats	12
11 Fidélité	12
12 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Temps de rétention relatifs pour l'éthylbenzène-D10 des hydrocarbures aromatiques volatils et des hydrocarbures halogénés volatils sur les colonnes CP-Sil 5 CB et CP-Sil 13 CB	13
Annexe B (informative) Validation	15
Bibliographie	18

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.

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 de la présente 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.

L'ISO 15009 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ISO 15009:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93b20a-70cb-4668-8ff-99a4228c969c/iso-15009-2002>

Qualité du sol — Détermination par chromatographie en phase gazeuse des teneurs en hydrocarbures aromatiques volatils, en naphtalène et en hydrocarbures halogénés volatils — Méthode par purge et piégeage avec désorption thermique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination quantitative par chromatographie en phase gazeuse des hydrocarbures volatils, du naphtalène et des hydrocarbures halogénés volatils contenus dans les sols.

La présente Norme internationale est applicable à tous les types de sols.

Dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale, les limites inférieures de détermination suivantes sont applicables (exprimées sur la base de la masse de matière sèche):

— hydrocarbures volatils et naphtalène: 0,1 mg/kg;

— hydrocarbures halogénés volatils: 0,01 mg/kg.

La limite inférieure de détermination dépend du matériel utilisé et de la qualité du méthanol utilisé pour l'extraction de l'échantillon de sol.

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 4799, *Verrerie de laboratoire — Réfrigérants*

ISO 10381-1, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*

ISO 10381-2, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 2: Lignes directrices pour les techniques d'échantillonnage*

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique — Rectificatif technique 1*

3 Principe

Les échantillons pour essai sont prélevés sur un échantillon de sol brut provenant du terrain, sans traitement préalable.

L'échantillon pour essai est extrait à l'aide de méthanol. Après centrifugation, une partie de l'extrait de méthanol est placée dans un récipient de purge rempli d'eau. Les composés volatils sont entraînés avec de l'azote ou de l'hélium et adsorbés par un agent d'adsorption approprié. Une désorption thermique des composés adsorbés est effectuée, puis ils sont dirigés vers un chromatographe en phase gazeuse au moyen d'un courant de gaz vecteur, directement ou par l'intermédiaire d'un piège de refroidissement. Les différents composés sont ensuite séparés à l'aide d'une colonne capillaire avec une phase stationnaire de faible polarité. Les hydrocarbures aromatiques volatils sont détectés à l'aide d'un détecteur à ionisation de flamme (FID). Les hydrocarbures halogénés volatils sont détectés à l'aide d'un détecteur à capture des électrons (ECD). Les hydrocarbures aromatiques volatils et les hydrocarbures halogénés volatils peuvent être déterminés en un seul essai dans le chromatographe en phase gazeuse. Une partie de l'effluent est alors dirigée vers le FID et le reste est dirigé vers l'ECD, par exemple à l'aide d'un séparateur d'effluent. L'identification et la quantification des composés sont réalisées par comparaison des temps de rétention et des hauteurs de pics (ou aires de pics) avec ceux de l'étalon interne et ceux d'une solution étalon externe. L'efficacité du mode opératoire dépend de la composition du sol examiné. Le mode opératoire décrit ne prend pas en considération l'extraction incomplète causée par la structure et la composition de l'échantillon de sol.

Il est recommandé d'utiliser du méthanol pour l'extraction au lieu de l'acétone car les extraits à l'acétone ne sont pas appropriés pour l'entraînement et le piégeage.

Il est recommandé d'effectuer un examen plus poussé pour confirmer l'identification des composés détectés et leurs concentrations. Cette confirmation peut être obtenue en répétant l'analyse par chromatographie en phase gazeuse avec une colonne de polarité différente et/ou par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS).

ITeB STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15009:2002

4 Réactifs

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93b20a-70cb-4668-8ff-99a4228c969c/iso-15009-2002>

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Vérifier que les réactifs sont applicables pour ce besoin spécifique et exempts de composés interférents.

4.1 Eau, exempte d'hydrocarbures aromatiques volatils et d'hydrocarbures halogénés volatils.

On utilise généralement de l'eau chauffée à au moins 80 °C et préparée la veille. Pour éliminer les composés interférents de l'eau, il est également possible de purger à l'aide d'un gaz inerte, par exemple de l'azote à un débit de 10 ml/min pendant 30 min. Il convient de disposer d'une quantité d'eau suffisante du même lot pour compléter chaque lot d'analyses, y compris toutes les préparations.

4.2 Étalons internes.

4.2.1 Pour la détermination des hydrocarbures aromatiques volatils, sélectionner de préférence deux étalons internes qui n'interfèrent pas avec les composés présents dans l'extrait d'échantillon.

Exemples d'étalons internes appropriés:

- toluène-D8 (numéro CAS 2037-26-5);
- éthylbenzène-D10 (numéro CAS 25837-05-2).

4.2.2 Pour la détermination des hydrocarbures halogénés volatils, sélectionner de préférence deux étalons internes qui n'interfèrent pas avec les composés présents dans l'extrait d'échantillon.

Exemples d'étalons internes appropriés:

- 1,4-dichlorobutane (numéro CAS 110-56-5);
- α,α,α -trifluorotoluène (numéro CAS 98-08-8);
- 2-bromofluorobenzène (numéro CAS 1072-85-1).

4.3 Hydrocarbures aromatiques volatils.

Composé	Numéro CAS
benzène	71-43-2
toluène	108-88-3
éthylbenzène	100-41-4
<i>o</i> -xylène	95-47-6
<i>m</i> -xylène	108-38-3
<i>p</i> -xylène	106-42-3
styrène	100-42-5
naphtalène	91-20-3

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

4.4 Hydrocarbures halogénés volatils.

Composé	Numéro CAS
dichlorométhane	75-09-2
trichlorométhane	67-66-3
tétrachlorométhane	56-23-5
1,1-dichloroéthane	75-34-3
1,2-dichloroéthane	107-06-2
1,1,1-trichloroéthane	79-01-6
1,1,2-trichloroéthane	79-00-5
1,2-dichloropropane	78-87-5
1,2,3-trichloropropane	98-18-4
<i>cis</i> -1,3-dichloropropène	10061-01-5
<i>trans</i> -1,3-dichloropropène	10061-02-6
<i>cis</i> -1,2-dichloroéthylène	156-59-2
<i>trans</i> -1,2-dichloroéthylène	156-60-5

Composé	Numéro CAS
3-chloropropène	107-05-1
trichloroéthylène	79-01-6
tétrachloroéthylène	127-18-4
monochlorobenzène	108-90-7
1,2-dichlorobenzène	95-50-1

4.5 Méthanol (numéro CAS 67-56-1).

Le méthanol utilisé doit contenir au maximum 100 µg/l de chacun des composés aromatiques volatils et au maximum 10 µg/l des hydrocarbures halogénés volatils à analyser.

4.6 Agent d'adsorption, polymère de 2,6-diphényl-*p*-phénate¹⁾ (40 à 60 mesh) d'une qualité appropriée pour la désorption thermique.

D'autres agents adsorbants peuvent être utilisés, à condition que des essais aient permis de vérifier leur aptitude à l'emploi.

4.7 Eau de refroidissement, pour la purge et le piégeage.

La température de l'eau de refroidissement dépend des dimensions de l'équipement de purge et de piégeage (6.1). Il est recommandé d'utiliser une température de 10 °C environ. Un cryostat doit être utilisé si la température de l'eau utilisée pour le refroidissement est trop élevée.

4.8 Gaz vecteur inerte, pour le chromatographe en phase gazeuse.

4.9 Azote, utilisé comme gaz inerte pour le dispositif de purge.

5 Préparation des solutions étalon

5.1 Solutions étalons primaires, pour composés aromatiques et halogénés volatils dans du méthanol, 4 g/l.

Peser environ 100 mg de composés étalons individuels (4.3 et 4.4) avec une précision de 0,1 mg dans un flacon à septum fermé contenant 25 ml de méthanol. Transférer les composés étalons dans le flacon à l'aide d'une seringue.

5.2 Solutions étalons internes dans du méthanol, 4 g/l.

Peser environ 100 mg de composés étalons internes individuels (4.2.1 et 4.2.2) avec une précision de 0,1 mg dans un flacon à septum fermé contenant 25 ml de méthanol. Transférer les composés étalons dans le flacon à l'aide d'une seringue.

5.3 Solutions d'étalonnage, contenant de 0 mg/l à 200 mg/l de chaque solution étalon primaire (5.1) et la (les) solution(s) étalon(s) interne(s) choisie(s) (5.2), 200 mg/l.

Préparer les solutions d'étalonnage dans du méthanol. Diluer les quantités indiquées au Tableau 1 des solutions obtenues conformément à 5.1 et 5.2 avec du méthanol (4.5) jusqu'à 100 ml.

1) Tenax TA est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

Tableau 1 — Préparation des solutions d'étalonnage

Solution d'étalonnage	Solution étalon interne (5.2) ml	Solution étalon primaire (5.1) ml	Concentration de la solution d'étalonnage mg/l	Quantité de solution d'étalonnage dans 100 ml d'eau (échantillon) µg/5 µl
5.3.1	5	0	0	0
5.3.2	5	1	40	0,2
5.3.3	5	2	80	0,4
5.3.4	5	3	120	0,6
5.3.5	5	4	160	0,8
5.3.6	5	5	200	1,0

6 Appareillage

Utiliser de la verrerie courante de laboratoire, exempte de composés interférents. La verrerie doit être nettoyée conformément aux méthodes habituelles pour ce type d'analyse.

6.1 Dispositif de purge et de piégeage.

La Figure 1 donne un exemple de système de purge et de piégeage hors ligne.

NOTE 1 La présente Norme internationale suit la description d'une méthode de purge et de piégeage hors ligne. Les instruments en ligne vendus dans le commerce peuvent être utilisés si des résultats équivalents sont obtenus au cours de leur validation. Avec un tel instrument, la purge et le piégeage s'effectuent en ligne avec la chromatographie en phase gazeuse et la détection, et il y a lieu de suivre le manuel du fabricant, particulièrement en ce qui concerne les éléments 6.1.1 à 6.1.9.

NOTE 2 La présente méthode n'est validée que pour le mode opératoire hors ligne.

6.1.1 Flacon à base arrondie, avec trois cols latéraux inclinés, d'une capacité de 100 ml.

6.1.2 Tube d'alimentation en gaz, avec embout en verre fritté.

6.1.3 Assemblage sphérique rodé, muni d'un anneau en PTFE.

6.1.4 Dispositif de réglage du débit.

Le débit de l'azote doit être de (40 ± 2) ml/min.

6.1.5 Tube d'alimentation pour le thermocouple.

6.1.6 Condensateur de type Allin ou Graham, conformément à l'ISO 4799.

6.1.7 Bouchon fileté avec bague d'étanchéité, fait en caoutchouc de silicone avec garniture en PTFE.

6.1.8 Tubes d'adsorption, faits en verre ou en acier inoxydable, remplis avec au moins 240 mg d'agent d'adsorption (4.6).

L'adsorbant est maintenu en place à l'aide d'un matériau inerte, par exemple de la fibre de verre silanisée. Les tubes doivent être adaptés à une utilisation directe avec l'appareillage de désorption thermique. Ils doivent être marqués sur un côté et être équipés de bouchons en matériau inerte, par exemple du polyéthylène ou du métal, avec filetage et anneau en PTFE pour assurer la fermeture hermétique après la purge.

Avant utilisation, activer et purifier l'adsorbant en chauffant doucement les tubes à 250 °C et en les maintenant à cette température pendant 3 h, avec un débit d'azote de 10 ml/min. Refroidir l'adsorbant dans l'azote et procéder à

l'analyse des tubes. Le résultat d'une détermination à blanc ne doit pas dépasser l'équivalent de 1 ng d'un composé à analyser. Lorsque le résultat est supérieur à cette valeur, l'adsorbant doit subir une nouvelle désorption.

Il est recommandé d'utiliser des tubes vendus dans le commerce.

Il convient que les tubes ne soient pas réutilisés, sauf si la détermination à blanc satisfait aux exigences mentionnées ci-dessus.

Il convient de prendre des précautions afin d'éviter une contamination croisée entre échantillons. Un tube très chargé en composés peut contaminer un autre tube peu chargé sur le passeur d'échantillons.

6.1.9 Bloc de chauffage, avec thermocouple, permettant de chauffer des flacons de 100 ml.

6.2 Centrifugeuse, permettant de centrifuger des tubes de 200 ml à une fréquence de rotation telle que l'accélération radiale soit comprise entre 2 000 g et 3 000 g.

6.3 Tubes de centrifugation, d'une capacité de 200 ml.

6.4 Colonnes capillaires, en silice fondue, avec phase stationnaire non polaire ou semi-polaire permettant une séparation suffisante des composés recherchés.

Un film épais de la phase stationnaire augmente l'efficacité de séparation des composés les plus volatils.

Des exemples sont donnés en 8.4 et dans l'annexe A.

6.5 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (FID), d'un détecteur à capture des électrons (ECD) basé sur du Ni-63, ainsi que d'une colonne capillaire avec séparateur d'effluent 1:10 et 1:100.

Il est admis d'utiliser des détecteurs sélectifs, comme des détecteurs d'ionisation photoélectrique (PID) ou des spectromètres de masse (MSD, ITD).

NOTE Les PID, MSD et ITD peuvent augmenter la sélectivité pour un composé donné par rapport aux composés interférents.

6.6 Appareillage de désorption thermique, ayant les caractéristiques suivantes:

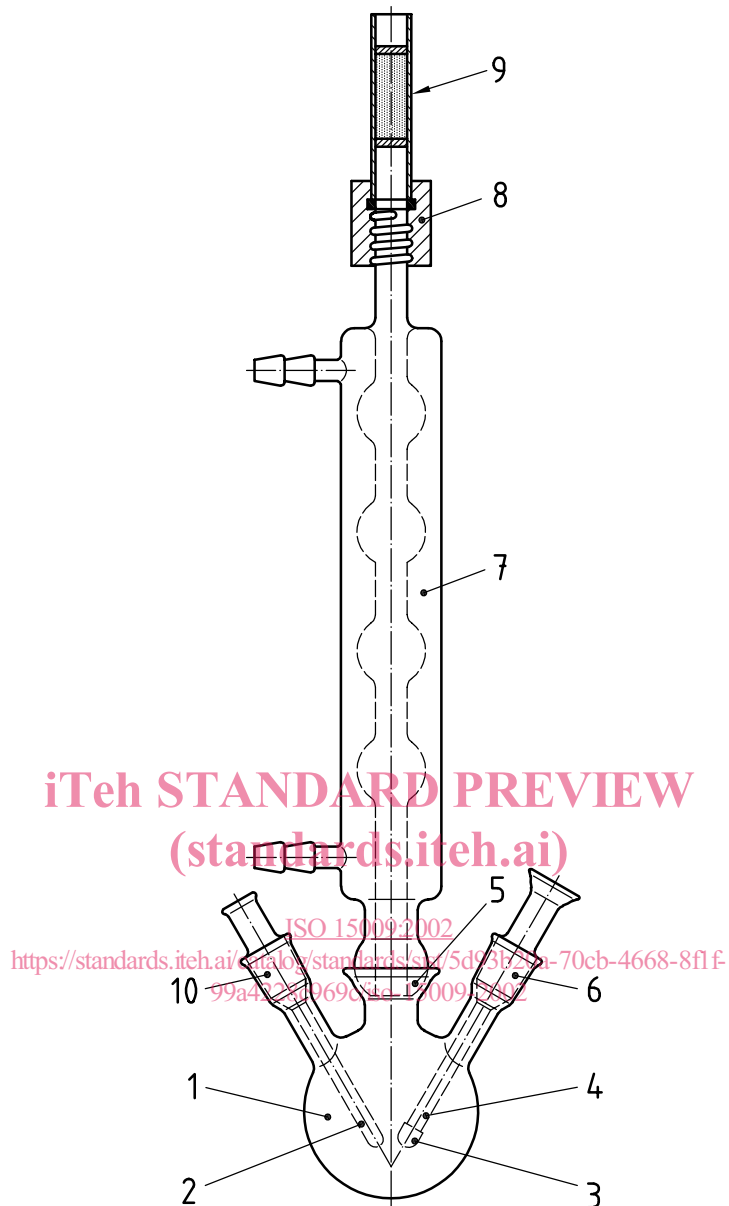
- enceinte de désorption primaire avec température de désorption réglable jusqu'à 250 °C et durée de désorption réglable;
- piège de refroidissement/enceinte de désorption secondaire;
- tube de connexion au chromatographe en phase gazeuse, avec chauffage réglable jusqu'à 150 °C;
- débit de gaz vecteur réglable jusqu'à 40 ml/min.

NOTE Les instruments de désorption thermique sont vendus dans le commerce.

6.7 Intégrateur électronique ou enregistreur automatique.

6.8 Seringues, d'un volume de 5 µl et d'une précision de lecture de 0,1 µl, et d'un volume de 50 µl et d'une précision de lecture de 1 µl.

6.9 Agitateur mécanique.



Légende

- 1 Flacon à base arrondie, 100 ml (6.1.1)
- 2 Tube d'alimentation pour le thermocouple (6.1.5)
- 3 Embout en verre fritté
- 4 Tube d'alimentation en gaz (6.1.2)
- 5 Assemblage sphérique rodé, selon l'ISO 641, muni d'un anneau en PTFE (6.1.3)
- 6 Assemblage conique rodé 14/23, selon l'ISO 383
- 7 Condensateur (6.1.6)
- 8 Bouchon fileté (6.1.7)
- 9 Tube d'adsorption (6.1.8)
- 10 Assemblage conique rodé 14/23, selon l'ISO 383

Figure 1 — Exemple d'un système de purge et de piégeage hors ligne