
**Émissions de sources fixes —
Détermination des hydrocarbures
aromatiques polycycliques sous forme
gazeuse et particulaire —**

Partie 2:

**Préparation des échantillons, purification
et détermination**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itih.ai)

*Stationary source emissions — Determination of gas and particle-phase
polycyclic aromatic hydrocarbons —*

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/8394c1da-b400-457c-b618-6706a2501100>

Part 2: Sample preparation, clean-up and determination



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 11338-2:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8594c1da-b400-457c-b618-61490aa02acb/iso-11338-2-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8594c1da-b400-457c-b618-61490aa02acb/iso-11338-2-2003>

© 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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
4.1 Échantillonnage	2
4.2 Analyse	2
5 Mesures de sécurité	2
6 Modes opératoires	3
6.1 Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance	3
6.2 Méthode par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse	10
7 Limites et interférences	18
7.1 Limites	18
7.2 Interférences	19
Annexe A (informative) Longueur d'onde maximale d'absorption des UV et combinaisons recommandées de longueurs d'onde excitation-émission pour la chromatographie en phase liquide à haute performance	20
Annexe B (informative) Formules et caractéristiques physiques de quelques hydrocarbures aromatiques polycycliques pour chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse	21
Annexe C (informative) Ions caractéristiques pour la détection par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse des hydrocarbures aromatiques polycycliques de composés utilisés comme étalons pour quantification des taux de récupération et étalons pour quantification des taux de récupération des produits de remplacement	22
Annexe D (informative) Applicabilité des étalons internes pour la détection par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse d'hydrocarbures aromatiques polycycliques sélectionnés	23
Annexe E (normative) Récapitulatif des caractéristiques de performance de la méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance	24
Bibliographie	25

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 11338-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 1, *Émissions de sources fixes*.

L'ISO 11338 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Émissions de sources fixes — Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques sous forme gazeuse et particulaire*:

- *Partie 1: Échantillonnage*
- *Partie 2: Préparation des échantillons, purification et détermination*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11338-2:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8594c1da-b400-457c-b618-61490aa02acb/iso-11338-2-2003>

Introduction

La présente partie de l'ISO 11338 décrit les modes opératoires à suivre pour la préparation, la purification et l'analyse des hydrocarbures aromatiques polycycliques (PAH) (effluents gazeux prélevés en cheminée) par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) (voir Annexes A et E) ou par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) (voir Annexes B, C et D).

Des hydrocarbures aromatiques polycycliques sont émis dans l'atmosphère principalement par la combustion de combustibles fossiles et de bois. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques sont considérés comme une classe importante de carcinogènes liés à l'environnement. L'identification et la quantification des hydrocarbures aromatiques polycycliques émis par des sources fixes représentent un aspect essentiel de l'évaluation de la qualité de l'air.

Les effluents gazeux prélevés en cheminée et émis par des sources fixes contiennent souvent des particules solides. Compte tenu de l'extrême diversité de leurs tensions de vapeur, les hydrocarbures aromatiques polycycliques se trouveront à la fois sous forme gazeuse et sous forme particulaire. Dans l'atmosphère, les hydrocarbures aromatiques polycycliques contenant au moins quatre cycles auront tendance à se déposer sur les particules par adsorption, tandis que ceux contenant deux à quatre cycles auront tendance à être présents sous forme gazeuse. Dans les effluents gazeux prélevés en cheminée, les hydrocarbures aromatiques polycycliques seront sous forme gazeuse ou particulaire selon la température, la masse de particules, la granulométrie, l'humidité, le type et la concentration d'hydrocarbures aromatiques polycycliques.

Des pertes d'hydrocarbures aromatiques polycycliques peuvent se produire au cours de l'échantillonnage, du stockage des échantillons et de la préparation de l'échantillon, perturbant l'analyse quantitative. Ces pertes peuvent être dues à la volatilité des hydrocarbures aromatiques polycycliques à deux et trois cycles, à l'instabilité physico-chimique des hydrocarbures aromatiques polycycliques en présence de lumière, de O₃, NO_x, SO₂, HCl, ou de certains métaux lourds.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11338-2:2003](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8594c1da-b400-457c-b618-61490aa02acb/iso-11338-2-2003>

Émissions de sources fixes — Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques sous forme gazeuse et particulaire —

Partie 2:

Préparation des échantillons, purification et détermination

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11338 spécifie les modes opératoires à suivre pour la préparation, la purification et l'analyse des échantillons afin de déterminer la teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques (PAH) sous forme gazeuse et particulaire dans les effluents gazeux prélevés en cheminée. Les méthodes d'analyse permettent de détecter des concentrations inférieures au microgramme d'hydrocarbures aromatiques polycycliques par mètre cube, selon le type d'hydrocarbure aromatique polycyclique et le volume d'effluent prélevé.

Les méthodes décrites dans la présente partie de l'ISO 11338 sont fondées soit sur la chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC), soit sur la chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS).

NOTE L'ISO 11338-1 décrit trois méthodes d'échantillonnage et spécifie les exigences minimales qui s'appliquent à l'échantillonnage des hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les effluents gazeux prélevés en cheminée.

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 4225:1994, *Qualité de l'air — Aspects généraux — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 4225 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

hydrocarbures aromatiques polycycliques

PAH

composés contenant au moins deux cycles aromatiques condensés constitués d'atomes de carbone et d'hydrogène

3.2

émissions de sources fixes

gaz émis par une usine ou une installation fixe, évacués dans l'atmosphère par une cheminée

3.3 extracteur accéléré de solvant ASE

équipement pour accélérer le processus traditionnel d'extraction, par utilisation de solvant à température élevée

NOTE La cellule d'extraction est maintenue sous pression, pour que le solvant chauffé reste à l'état liquide pendant l'extraction.

4 Principe

4.1 Échantillonnage

Un échantillon représentatif est prélevé de manière isocinétique dans le conduit de gaz, au moyen d'un dispositif d'échantillonnage approprié. La phase particulaire est recueillie sur un filtre approprié, et la phase gazeuse est recueillie par condensation et par adsorption [par exemple au moyen de résine polymère styrène-divinylbenzène (XAD-2), de mousse polyuréthane ou de tout autre adsorbant d'efficacité comparable].

4.2 Analyse

Après prélèvement, l'échantillon est retiré du dispositif d'échantillonnage. Les parties du dispositif d'échantillonnage qui ont été en contact avec l'échantillon sont lavées au solvant. Les solvants de rinçage sont ensuite combinés avec le(s) filtre(s) et l'adsorbant, puis extraits au moyen d'un solvant organique approprié, à l'aide d'un extracteur de Soxhlet [ou par toute autre méthode validée, par exemple l'extracteur accéléré de solvant (ASE)]. L'extrait est concentré au moyen d'un évaporateur rotatif, puis sous azote si nécessaire. Il peut être nécessaire de purifier l'échantillon avant de procéder à la quantification.

Une partie aliquote de l'échantillon concentré est analysée par chromatographie en phase liquide à haute performance en phase inverse ou par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse. La concentration de chaque hydrocarbure aromatique polycyclique est déterminée à partir de la masse d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (phase particulaire et gazeuse) déterminée par l'analyse et du volume de l'échantillon gazeux ramené à des conditions normalisées.

5 Mesures de sécurité

Il convient de considérer tous les hydrocarbures aromatiques polycycliques comme des carcinogènes potentiels. Il y a lieu que l'utilisateur soit familiarisé avec leurs propriétés physico-chimiques. Éviter tout contact corporel avec les hydrocarbures aromatiques polycycliques, qu'ils soient sous forme solide ou sous forme d'extraits ou de solutions. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques peuvent se codistiller avec le solvant et adhérer à l'extérieur de la verrerie à bouchon de verre rodé.

En raison des risques associés à l'utilisation d'hydrocarbures aromatiques polycycliques, en particulier sous forme solide, il est déconseillé de préparer soi-même les solutions étalons. Il est préférable d'utiliser les solutions étalons vendues dans le commerce afin de minimiser les risques d'exposition¹⁾.

Toute la verrerie contenant des solutions d'hydrocarbures aromatiques polycycliques doit donc être manipulée avec des gants résistant aux solvants. La lumière ultraviolette permet de révéler une éventuelle contamination par fluorescence. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques sont très dangereux sous forme solide, car ils acquièrent alors une charge électrostatique. Il convient donc de peser les hydrocarbures aromatiques polycycliques dans une boîte à gants. Les échantillons non utilisés et le matériel, la verrerie et les vêtements

1) Étalon de référence 1647: hydrocarbures aromatiques polycycliques polluants primaires, une solution certifiée de 16 hydrocarbures aromatiques polycycliques dans l'acétonitrile. Cette solution est un exemple de produit approprié disponible auprès du National Institute of Standards and Technology (NIST), US Department of Commerce, Gaithersburg, MD, États-Unis. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 11338 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

contaminés doivent être éliminés de manière appropriée, dans le respect des réglementations correspondantes.

6 Modes opératoires

6.1 Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance

6.1.1 Généralités

Le présent paragraphe décrit la préparation, la purification des échantillons et la méthode d'analyse permettant de déterminer par chromatographie en phase liquide à haute performance la concentration en hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les effluents gazeux prélevés en cheminée.

6.1.2 Réactifs et matériaux

6.1.2.1 Acétonitrile, de qualité chromatographie en phase liquide à haute performance.

6.1.2.2 Hexane normal, de qualité chromatographie en phase liquide à haute performance.

6.1.2.3 Méthanol, de qualité chromatographie en phase liquide à haute performance.

6.1.2.4 Pentane, de qualité chromatographie en phase liquide à haute performance.

6.1.2.5 Éther diéthylique, réactif de qualité analytique reconnue, conservé avec 2 % d'éthanol, de qualité chromatographie en phase liquide à haute performance.

6.1.2.6 Gel de silice, de haut degré de pureté, de type 60, de maille 70 à 23.

6.1.2.7 Sulfate de sodium anhydre, réactif de qualité analytique reconnue, desséché par chauffage à 300 °C pendant au moins 4 h.

6.1.2.8 Étalons pour quantification des taux de récupération pour chromatographie en phase liquide à haute performance: 2-méthylchrysène ou 6-méthylchrysène, de pureté au moins égale à 98 %.

6.1.2.9 Gaz comprimés: hélium de pureté élevée pour la phase mobile de dégazage et azote de pureté élevée pour la concentration des échantillons.

6.1.2.10 Feuille d'aluminium.

6.1.2.11 Laine de verre.

6.1.3 Instruments

6.1.3.1 Tube extracteur de Soxhlet, de 100 ml à 200 ml de capacité, et condenseur approprié.

6.1.3.2 Filtre en fibre de verre, préalablement purifié par chauffage pendant 3 h à 200 °C ou jusqu'à l'obtention d'un niveau de blanc acceptable.

6.1.3.3 Fioles à fond rond, de 100 ml et de 250 ml ou de 500 ml de capacité, selon la taille de l'extracteur de Soxhlet.

6.1.3.4 Système d'évaporation rotatif, permettant d'afficher un vide maximal de 0,1 MPa (1,0 bar), et avec bain-marie pouvant être chauffé à 50 °C.

6.1.3.5 Concentrateurs Kuderna-Danish, de 500 ml de capacité, avec tubes à graduations de 10 ml munis de bouchons en verre dépoli, et d'une macro-colonne de Snyder à 3 billes.

6.1.3.6 Concentrateur par évaporation sous azote: appareillage sous courant d'azote à débit réglable et bain-marie thermostaté, tubes évaporateurs de 1 ml à 10 ml.

6.1.3.7 Entonnoirs de séparation, de 100 ml et 250 ml.

6.1.3.8 Colonne de chromatographie en verre.

6.1.3.9 Tubes coniques, de 10 ml de capacité.

6.1.3.10 Cartouches à extraction, préalablement extraites au méthanol.

6.1.3.11 Réfrigérateur de laboratoire, permettant de refroidir à moins de 4 °C ou **congélateur,** permettant de refroidir au-dessous de -15 °C.

6.1.3.12 Pierres facilitant l'ébullition, extraites par solvant.

6.1.3.13 Four, permettant de conserver une température de 500 °C.

6.1.3.14 Système de chromatographie en phase liquide à haute performance, constitué de pompes à débit constant avec gradient contrôlé, injecteur permettant d'injecter des volumes d'échantillon pouvant atteindre 20 µl, colonne thermostatée entre 29 °C et 40 °C, à ± 1 °C près, détecteur de fluorescence avec longueurs d'onde d'émission et d'excitation programmables, et détecteur d'UV réglé sur une longueur d'onde de 229 nm, et accessoires, notamment colonnes, enregistreurs et gaz.

6.1.3.15 Colonne de séparation par chromatographie en phase liquide à haute performance, en verre ou en acier inoxydable, à base de silice greffée par chaînes alkyles C18 de granulométrie de 3 µm à 5 µm (longueur 20 mm à 250 mm, diamètre intérieur 3 mm à 4,6 mm).

6.1.3.16 Colonne de garde pour chromatographie en phase liquide à haute performance, en acier inoxydable pour la chromatographie en phase inverse (longueur 10 mm, diamètre intérieur 2 mm, tamis < 1 µm, fritté 0,5 µm) ou autres colonnes appropriées.

Il convient de toujours utiliser des colonnes de garde, car la contamination de l'échantillon et de l'éluant peut entraîner des pressions excessives dans la colonne et modifier la sélectivité.

6.1.3.17 Système de dégazage pour chromatographie en phase liquide à haute performance, hélium.

Il convient de prévoir le dégazage des éluants afin d'éviter l'extinction du signal de fluorescence.

6.1.3.18 Système de filtrage, comprenant un filtre à pores de 45 µm pour le filtrage de la phase mobile.

6.1.3.19 Seringues, de 10 µl, 25 µl, 50 µl, 100 µl, 250 µl, 500 µl et 1 000 µl pour la préparation de la solution d'étalonnage, de la solution titrée de référence et de la solution de dopage.

6.1.4 Préparation des échantillons

6.1.4.1 Conditions de conservation des échantillons

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques pouvant réagir à la lumière et au contact de composés présents dans l'air, il convient de conserver tous les échantillons contenant des hydrocarbures aromatiques polycycliques dans des récipients hermétiques, à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 0 °C et 4 °C ou inférieure à -15 °C, jusqu'à la préparation en laboratoire. Les échantillons conservés entre 0 °C et 4 °C doivent être extraits dans la semaine qui suit l'échantillonnage. Si les échantillons sont conservés à -15 °C ou à une température inférieure, il faut procéder à l'extraction dans le mois qui suit. Tout condensat doit être acidifié à l'acide chlorhydrique à environ pH 2 et peut alors être stocké pendant 14 jours.

6.1.4.2 Extraction des filtres et adsorbants solides

Le filtre et les adsorbants solides sont retirés de leurs récipients hermétiques et placés dans la cartouche préalablement extraite d'un Soxhlet. Juste avant de procéder à l'extraction, ajouter à l'adsorbant ou au filtre 500 µl d'étalon pour quantification des taux de récupération, 2- ou 6-méthylchrysène (6.1.2.8) en solution dans l'acétonitrile (à une concentration massique d'environ 1 µg/ml), afin de déterminer la récupération de l'extraction. Si l'analyse est effectuée séparément pour l'adsorbant et pour le filtre, les deux doivent être dopés.

L'extraction est effectuée avec 10 % d'éther diéthylique (6.1.2.5) dans de l'hexane normal (6.1.2.2) pendant environ 20 h, à un taux de reflux de 4 cycles par heure.

L'étalon pour quantification des taux de récupération doit être ajouté à tous les échantillons, y compris les blancs de site et les blancs de la méthode.

D'autres techniques d'extraction (par exemple l'ASE) ou d'autres solvants ou mélanges de solvants peuvent être utilisés s'ils sont validés par l'utilisateur.

6.1.4.3 Extraction du condensat

Transférer le condensat dans l'entonnoir de séparation. Rincer les projections ou les fioles de condensat avec de l'hexane normal (6.1.2.2) et transférer l'hexane normal dans l'entonnoir de séparation. Agiter pendant au moins 5 min. Laisser décanter, puis séparer l'hexane normal du condensat. Effectuer une autre extraction sur le condensat dans les mêmes conditions et combiner les fractions d'hexane normal. Sécher les fractions combinées d'hexane normal sur du sulfate de sodium (6.1.2.7).

Le volume d'hexane normal utilisé pour chacune des deux extractions doit être au moins égal à 20 % du volume du condensat.

6.1.4.4 Concentration de l'extrait [ISO 11338-2:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8594c1da-b400-457c-b618-)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8594c1da-b400-457c-b618->

Combiner les fractions d'hexane normal séchées du condensat avec les fractions extraites du filtre et de l'adsorbant solide. Les extraits combinés sont filtrés à travers un filtre en fibre de verre préalablement nettoyé (6.1.3.2), et transférés dans l'évaporateur rotatif. Concentrer l'extrait à un volume d'environ 2 ml. Transférer quantitativement l'extrait avec de l'hexane normal dans un tube conique étalonné de 10 ml. Ajouter 1 ml d'acétonitrile (6.1.2.1) au tube. Placer ensuite le tube dans un bain-marie à 25 °C et concentrer l'extrait dans un léger flux d'azote, jusqu'à ce que l'hexane (couche supérieure) et une petite partie de l'acétonitrile se soient évaporés. Ajuster volumétriquement les extraits d'échantillons concentrés à 1,0 ml au moyen d'acétonitrile.

Bien mélanger l'échantillon et le transférer dans des flacons bruns hermétiques, pour conservation à moins de 4 °C, à l'abri de la lumière, jusqu'à l'analyse. Il convient d'analyser les extraits concentrés dans les 30 jours.

Un évaporateur rotatif (6.1.3.4) peut être utilisé, sous une dépression d'environ 0,1 MPa, avec un bain-marie à une température n'excédant pas 45 °C. Si l'extrait est concentré jusqu'à siccité, des pertes importantes d'hydrocarbures aromatiques polycycliques peuvent se produire, par conséquent il convient d'éliminer l'échantillon.

D'autres systèmes d'évaporation peuvent être utilisés pour concentrer l'extrait, s'ils sont validés par l'utilisateur.

NOTE 1 Il n'est pas toujours nécessaire d'obtenir une concentration de l'extrait d'échantillon à 1 ml; cela dépend des limites de détection cibles, de la sensibilité du détecteur et du volume d'échantillon prélevé.

NOTE 2 La dernière étape d'évaporation utilisant de l'azote est l'aspect le plus délicat de la préparation des échantillons. Les pertes d'hydrocarbures aromatiques polycycliques volatils dues à l'étape de concentration finale des extraits d'échantillons peuvent entraîner des pertes pouvant atteindre 10 % pour les hydrocarbures aromatiques polycycliques de 2 à 4 cycles si le solvant d'extraction est de l'hexane normal. Si l'on utilise du toluène comme solvant d'extraction, les pertes peuvent être comprises entre 10 % et 40 % pour les hydrocarbures aromatiques polycycliques de 2 à 4 cycles.

6.1.4.5 Purification des échantillons

6.1.4.5.1 Généralités

Si les matrices sont relativement propres, il peut ne pas être nécessaire de procéder à une purification. Les matrices complexes nécessitent une étape de purification afin d'éliminer les interférences dues à la présence de composés polaires et non polaires.

Si du dichlorométhane est utilisé pour l'extraction de l'échantillon, il convient de l'échanger par solvant avec de l'hexane normal, avant l'étape de purification.

6.1.4.5.2 Préparation de la colonne

Extraire du gel de silice de type 60 dans un tube de Soxhlet avec du dichlorométhane pendant 6 h (vitesse minimale: 3 cycles/h), puis l'activer par chauffage dans un récipient en verre recouvert d'une feuille pendant 16 h à 450 °C.

Poser un petit morceau de laine de verre au fond d'une colonne chromatographique en verre de 15 ml à 25 ml (par exemple 11,5 mm de diamètre intérieur × 160 mm de longueur). Mélanger 10 g de gel de silice activé à du pentane et verser dans la colonne. Tapoter légèrement la colonne pour permettre à la suspension de se décanter correctement et de garnir la colonne. Ajouter ensuite 1 g de sulfate de sodium anhydre sur le gel de silice.

6.1.4.5.3 Colonne chromatographique

Avant utilisation, prélever la colonne avec 40 ml de pentane, et éliminer l'éluat. Alors que le pentane couvre le haut de la colonne, verser dans la colonne 1 ml d'échantillon extrait dans l'hexane normal, puis ajouter 2 ml d'hexane normal pour achever le transfert. Laisser s'opérer l'élution dans la colonne. Juste avant que la couche de sulfate de sodium soit exposée à l'air, ajouter 25 ml de pentane et poursuivre l'élution. L'éluat de pentane peut être éliminé.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8594c1da-b400-457c-b618-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8594c1da-b400-457c-b618-61490a02ach/iso-11338-2-2003)

La colonne est finalement éluée à 2 ml/min avec 25 ml de dichlorométhane dans du pentane (4:6 en volume) et l'éluat est recueilli dans une fiole à fond rond de 100 ml (6.1.3.3). L'extrait est ensuite concentré à nouveau pour être ramené à un volume d'environ 2 ml à 5 ml. Transférer quantitativement l'extrait dans un tube conique de 10 ml (6.1.3.9). Transférer le tube dans un bain-marie à 25 °C et concentrer l'extrait presque jusqu'à siccité dans un léger flux d'azote. Les extraits d'échantillons sont ensuite échangés par solvant avec de l'acétonitrile, et ajustés volumétriquement à 1,0 ml.

Des colonnes de purification vendues dans le commerce peuvent être utilisées si elles sont validées par l'utilisateur.

NOTE 1 La fraction de pentane contient les hydrocarbures aliphatiques. Si nécessaire, cette fraction peut être analysée pour des hydrocarbures aliphatiques spécifiques.

NOTE 2 Une élution supplémentaire de la colonne avec 25 ml de méthanol permettra d'éluer des composés polaires (par exemple des hydrocarbures aromatiques polycycliques oxygénés, nitrifiés et sulfonés).

6.1.5 Analyse des échantillons

6.1.5.1 Appareillage

Les analyses par chromatographie en phase liquide à haute performance sont réalisées sur un système analytique constitué de pompes à débit constant réglées avec un contrôleur de gradient, un injecteur, un dispositif de chauffage de la colonne, un détecteur de fluorescence à longueurs d'onde d'émission et d'excitation programmables, et un détecteur d'UV réglé à une longueur d'onde de 229 nm.

Les paramètres types sont les suivants:

— Colonne: en verre ou en acier inoxydable (200 mm de longueur, 4,6 mm de diamètre intérieur).