
**Peintures et vernis — Détermination de la
teneur en composés organiques volatils
(COV) —**

Partie 2:
**Méthode par chromatographie en phase
gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Paints and varnishes — Determination of volatile organic compound
(VOC) content —*

Part 2: Gas-chromatographic method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ac87a42-12c8-486f-8184-9a027948e865/iso-11890-2-2006>



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 11890-2:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae87a42-12c8-486f-8184-9a027948e865/iso-11890-2-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae87a42-12c8-486f-8184-9a027948e865/iso-11890-2-2006>

© ISO 2006

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Informations supplémentaires exigées	3
6 Appareillage	3
7 Réactifs	5
8 Échantillonnage	6
9 Mode opératoire	6
10 Calculs	8
11 Expression des résultats	10
12 Fidélité	10
13 Rapport d'essai	11
Annexe A (normative) Informations supplémentaires exigées	12
Annexe B (informative) Exemples de conditions de chromatographie en phase gazeuse	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 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 11890-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11890-2:2000), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications sont les suivantes:

- la méthode a été modifiée pour permettre la détermination de la teneur en COV lorsque ce terme porte sur des composés ayant un point d'ébullition défini,
- le calcul de la teneur en composés organiques volatils (COV) du produit prêt à l'emploi moins l'eau et moins les composés exempts (voir 10.5) a été modifié pour indiquer clairement que seuls sont pris en compte les composés autres que les composés exempts.

L'ISO 11890 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général Peintures et vernis — Détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV):

- *Partie 1: Méthode par différence*
- *Partie 2: Méthode par chromatographie en phase gazeuse*

Peintures et vernis — Détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV) —

Partie 2: Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11890 fait partie d'une série de normes qui traitent de l'échantillonnage et des essais relatifs aux peintures, vernis et produits assimilés.

Elle spécifie une méthode de détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV) des peintures, vernis et de leurs matières premières. Cette méthode est à utiliser de préférence si la teneur escomptée en COV est comprise entre 0,1 % en masse et environ 15 % en masse. Si la teneur en COV est supérieure à environ 15 % en masse, la méthode plus simple préconisée dans l'ISO 11890-1 peut être utilisée.

Cette méthode suppose que la matière volatile est de l'eau ou une matière organique. Toutefois, d'autres composés inorganiques volatils peuvent être présents; il pourrait être nécessaire de les quantifier selon une autre méthode et d'en tenir compte dans les calculs.

2 Références normatives

[ISO 11890-2:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae87a42-12c8-486f-8184-9a027948e865/iso-11890-2-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae87a42-12c8-486f-8184-9a027948e865/iso-11890-2-2006>

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 760, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*

ISO 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais*

ISO 2811-1, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 1: Méthode pycnométrique*

ISO 2811-2, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 2: Méthode par immersion d'un corps (plongeur)*

ISO 2811-3, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 3: Méthode par oscillation*

ISO 2811-4, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 4: Méthode du cylindre sous pression*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

composé organique volatil

COV

tout liquide et/ou solide organique qui s'évapore spontanément à la température et à la pression de l'atmosphère avec laquelle il est en contact

NOTE 1 Concernant l'usage du terme COV dans le domaine des produits de peinture, voir «teneur en composés organiques volatils (teneur en COV)».

NOTE 2 Dans certaines réglementations aux États-Unis, le terme COV est uniquement utilisé pour les composés induisant une action photochimique dans l'atmosphère (voir l'ASTM D 3960). Tous les autres composés sont alors définis comme des composés exempts.

[ISO 4618:2006]

NOTE 3 Dans la législation européenne, Directive UE 2004/42/CE, le terme COV renvoie aux composés organiques volatils dont le point d'ébullition initial, mesuré à la pression standard de 101,3 kPa, est inférieur ou égal à 250 °C.

3.2

teneur en composés organiques volatils

teneur en COV

masse des composés organiques volatils présents dans un revêtement, déterminée dans des conditions spécifiées

NOTE 1 Les propriétés et la quantité des composés à prendre en compte dépendront du domaine d'application du revêtement. Pour chaque domaine d'application, les valeurs limites et les méthodes de détermination ou de calcul sont stipulées par des réglementations ou par des accords.

[ISO 4618:2006]

NOTE 2 Si le terme COV désigne des composés ayant un point d'ébullition maximum défini (voir Note 3, en 3.1), les composés considérés comme entrant dans la teneur en COV sont ceux ayant un point d'ébullition inférieur à la limite, les composés ayant un point d'ébullition supérieur étant considérés comme des composés organiques non volatils.

3.3

composé exempt

composé organique qui ne participe pas à des réactions photochimiques dans l'atmosphère

NOTE Voir Notes 2 et 3 en 3.1.

3.4

prêt à l'emploi

état d'un produit, une fois mélangé conformément aux instructions du fabricant, dans les bonnes proportions, et dilué, si nécessaire, à l'aide de diluants appropriés, de sorte que la peinture puisse être appliquée selon la méthode approuvée

4 Principe

Une fois l'échantillon préparé, les COV sont séparés par chromatographie en phase gazeuse. Selon le type d'échantillon, on utilise un système d'injection de l'échantillon à chaud ou à froid. La méthode préconisée est l'injection à chaud. Une fois identifiés, les composés sont quantifiés à partir de l'aire du pic, au moyen d'un étalon interne. En fonction du matériel choisi, il est également possible de déterminer la teneur en eau selon cette méthode. Un calcul permet ensuite d'obtenir la teneur en COV de l'échantillon.

5 Informations supplémentaires exigées

Pour toute application particulière, il est nécessaire de compléter la méthode d'essai spécifiée dans la présente partie de l'ISO 11890 en fournissant des informations supplémentaires. Le détail des informations supplémentaires est donné à l'Annexe A.

6 Appareillage

6.1 Chromatographe en phase gazeuse

L'appareil doit être installé et utilisé conformément aux instructions du fabricant. Toutes les parties de l'instrument en contact avec l'échantillon pour essai doivent être constituées d'un matériau (par exemple du verre) qui résiste à l'échantillon et qui n'est pas susceptible de le modifier chimiquement.

6.2 Système d'injection de l'échantillon

6.2.1 Généralités

Utiliser l'un des deux types spécifiés en 6.2.2 et 6.2.3.

6.2.2 Système d'injection à chaud doté d'un diviseur d'échantillon (système préconisé)

L'instrument doit comporter un bloc d'injection à température variable doté d'un diviseur d'échantillon. La température d'injection doit être réglable, avec une précision de 1 °C. Le rapport de division doit pouvoir être réglé et surveillé. L'insert de l'injecteur doit contenir de la laine de verre silanée pour retenir les constituants non volatils; il doit être nettoyé et rempli de laine de verre neuve ou remplacé pour éliminer les erreurs dues aux résidus de liant ou de pigment (c'est-à-dire adsorption de composés). L'adsorption se manifeste par une traînée du pic, surtout dans le cas des composés peu volatils.

6.2.3 Système d'injection à froid doté d'un diviseur d'échantillon

Le système d'injection à froid doit être muni d'un dispositif de programmation de la température permettant de passer de la température ambiante à 300 °C, l'insert de l'injecteur devant être constitué d'un matériau inerte, comme du verre. L'insert doit être rempli de laine de verre silanée et traité selon les spécifications énoncées en 6.2.2. Le rapport de division doit pouvoir être réglé et surveillé.

La fidélité de la méthode sera améliorée si le système d'injection, notamment le système d'injection à chaud, est couplé à un injecteur automatique. En cas d'utilisation d'un injecteur automatique, suivre les instructions du fabricant.

6.2.4 Choix du système d'injection de l'échantillon

Le choix d'un système d'injection à chaud ou à froid dépend du type de produit soumis à essai. Il sera nécessaire d'utiliser le système d'injection à froid pour les produits qui, à haute température, dégagent des substances qui influent sur la détermination.

Des changements intervenant dans le chromatogramme (par exemple, la présence de pics étrangers ou une augmentation ou diminution de la taille des pics) indiquent des réactions de clivage ou de décomposition selon les températures d'injection de l'échantillon.

Le système d'injection à chaud couvre tous les constituants, composés et produits de clivage volatils des liants et additifs. Les produits de clivage des liants ou des additifs, qui sont identiques à un constituant du produit, peuvent être séparés par un système d'injection à froid, car ils éluent plus tardivement en raison de l'augmentation programmée de la température du bloc d'injection.

6.3 Étuve

L'étuve doit pouvoir être chauffée entre 40 °C et 300 °C, tant en isotherme qu'en programmation de température. Il doit être possible de régler la température de l'étuve à 1 °C près. La température finale du programme de température ne doit pas dépasser la température maximale d'utilisation de la colonne capillaire (voir 6.5).

6.4 Détecteur

L'un ou l'autre des trois détecteurs suivants peut être utilisé, de même que d'autres détecteurs adaptés à des composés spécifiques:

6.4.1 Détecteur à ionisation de flamme, capable de fonctionner à des températures atteignant 300 °C. Pour éviter les risques de condensation, la température du détecteur doit être supérieure d'au moins 10 °C à la température maximale de l'étuve. L'alimentation en gaz du détecteur, le volume d'injection, le rapport de division et le réglage du gain doivent être optimisés de sorte que les signaux (aire des pics) utilisés pour le calcul soient proportionnels à la quantité de substance.

6.4.2 Spectromètre de masse ou autre **détecteur sélectif de masse correctement étalonné**.

6.4.3 Spectromètre à infrarouge à transformée de Fourier (spectromètre FT-IR) **correctement étalonné**.

6.5 Colonne capillaire

La colonne doit être constituée de verre ou de silice fondue. Des colonnes ayant une longueur suffisante pour séparer les composés volatils et un diamètre intérieur maximal de 0,32 mm, revêtues de poly(diméthylsiloxane) non modifié ou phényle modifié ou encore de poly(éthylène-glycol) avec une épaisseur de film appropriée, assurent une bonne séparation des pics. La phase stationnaire et la longueur de la colonne doivent être choisies pour améliorer la séparation des COV (voir exemples à l'Annexe B).

Une combinaison appropriée de colonne, programme de température et composé marqueur de manière que les composés présents dans l'échantillon qui sont définis comme des composés organiques volatils en fonction du point d'ébullition (voir Note 3 en 3.1) éluent avant le composé marqueur du point d'ébullition (voir 7.4) et que ceux qui sont des composés organiques non volatils éluent après ce dernier. Si une limite de 250 °C a été fixée et s'il s'agit de phases stationnaires polaires, il est recommandé d'utiliser le composé marqueur indiqué en 7.4 avec la colonne DB-1301™ ou une colonne équivalente, d'une longueur minimale de 60 m et d'un diamètre intérieur de 0,32 mm, avec une épaisseur de film d'environ 1 µm.

6.6 Matériel d'analyse qualitative

Si les composés séparés doivent être identifiés par un détecteur sélectif de masse ou par un spectromètre à infrarouge à transformée de Fourier (spectromètre FT-IR), l'instrument doit être couplé au chromatographe en phase gazeuse et fonctionner conformément aux instructions du fabricant.

6.7 Seringue d'injection

La seringue d'injection doit avoir une capacité correspondant au moins au double du volume de l'échantillon à injecter dans le chromatographe en phase gazeuse.

6.8 Enregistreur de diagramme

Les enregistreurs de diagrammes à compensation conviennent pour tracer le chromatogramme.

6.9 Intégrateur

Un système de traitement de l'information électronique (intégrateur ou ordinateur) doit être utilisé pour mesurer l'aire des pics. Les paramètres d'intégration utilisés pour l'étalonnage et l'analyse doivent être identiques.

6.10 Flacons pour échantillon

Utiliser des flacons constitués d'un matériau chimiquement inerte (par exemple du verre) et pouvant être fermés hermétiquement avec un bouchon équipé d'un septum (par exemple une membrane en caoutchouc revêtue de polytétrafluoroéthylène).

6.11 Filtres à gaz

Des filtres doivent être installés dans les conduites de raccordement du chromatographe en phase gazeuse pour adsorber les impuretés restant dans les gaz (voir 6.12).

6.12 Gaz

6.12.1 Gaz vecteur: hélium, azote ou hydrogène sec et exempt d'oxygène, ayant une pureté d'au moins 99,996 % en volume.

6.12.2 Gaz détecteurs: hydrogène ayant une pureté d'au moins 99,999 % en volume et air (synthétique), exempts de composés organiques.

6.12.3 Gaz auxiliaire: azote ou hélium de même qualité que le gaz vecteur.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Réactifs

ISO 11890-2:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae87a42-12c8-486f-8184-9a027948e865/iso-11890-2-2006>

7.1 Étalon interne

L'étalon interne doit être un composé qui n'est pas présent dans l'échantillon et qui est complètement séparé des autres éléments du chromatogramme. Il doit être inerte par rapport aux constituants de l'échantillon, stable dans la plage de températures requise et de pureté connue. Des composés comme l'isobutanol et le diméthyléther diéthylène-glycol conviennent.

7.2 Composés d'étalonnage

Les composés utilisés pour l'étalonnage doivent avoir une pureté d'au moins 99 % en masse ou être d'une pureté connue.

7.3 Solvant de dilution

Utiliser un solvant organique permettant de diluer l'échantillon. Il doit avoir une pureté d'au moins 99 % en masse, ou être d'une pureté connue, et ne doit pas contenir de substances susceptibles d'influer sur la détermination, en provoquant, par exemple, des pics de recouvrement dans le chromatogramme. Injecter toujours le solvant séparément pour pouvoir observer les agents contaminants et les pics d'interférence éventuels, surtout pour l'analyse de traces.

NOTE Des solvants comme le méthanol ou le tétrahydrofurane conviennent.

7.4 Composé marqueur

Si le terme COV est utilisé pour des composés dont le point d'ébullition est inférieur à une limite maximale définie (voir Note 3 en 3.1), utiliser un composé marqueur de pureté connue et ayant un point d'ébullition égal à ± 3 °C près au point d'ébullition maximum défini.

EXEMPLE Si le point d'ébullition maximal défini se situe à 250 °C, il convient d'utiliser le tétradécane, qui a un point d'ébullition à 252,6 °C comme composé marqueur pour les systèmes non polaires, et le diéthyl adipate, qui a un point d'ébullition à 251 °C, comme composé marqueur pour les systèmes polaires.

8 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer (ou de chaque produit, dans le cas d'un système multicouche), conformément à l'ISO 15528.

Examiner et préparer chaque échantillon pour essai conformément à l'ISO 1513, en préparant l'échantillon final pour essai à l'état «prêt à l'emploi».

9 Mode opératoire

9.1 Masse volumique

Si le calcul le requiert (voir 10.3 à 10.5), déterminer la masse volumique de l'échantillon conformément à la partie de l'ISO 2811 qui donnera la meilleure fidélité pour le type d'échantillon considéré. Déterminer la masse volumique à 23 °C.

9.2 Teneur en eau

ISO 11890-2:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae87a42-12c8-486f-8184-4e7c81571992/iso-11890-2-2006>

Si le calcul le requiert (voir 10.4 et 10.5), déterminer la teneur en eau, en pourcentage en masse, selon la méthode décrite dans l'ISO 760, en choisissant les réactifs de sorte que les composés contenus dans l'échantillon ne provoquent pas d'interférences. Si les composés ne sont pas connus, les déterminer qualitativement (voir 9.4).

NOTE 1 Les cétones et les aldéhydes sont des composés susceptibles de provoquer des interférences. Normalement, les fabricants de réactifs publient une documentation destinée à guider le client dans le choix d'un réactif approprié.

NOTE 2 Si le produit à essayer est bien caractérisé et que l'on sait qu'il ne contient pas d'eau, il peut ne pas être nécessaire de déterminer sa teneur en eau, laquelle peut être supposée égale à zéro.

9.3 Conditions de chromatographie en phase gazeuse

9.3.1 Les conditions de chromatographie en phase gazeuse dépendent du produit à analyser et doivent être optimisées à chaque fois au moyen d'un mélange d'étalonnage connu. Voir l'Annexe B qui donne des exemples de conditions d'utilisation avec des systèmes d'injection à chaud et à froid.

9.3.2 Le volume d'injection et le rapport de division doivent être coordonnés de façon à ne pas dépasser la capacité de la colonne et à demeurer dans la plage linéaire du détecteur. La présence de pics asymétriques indique une surcharge de la colonne chromatographique.

9.4 Analyse qualitative du produit

Si les composés organiques du produit ne sont pas connus, procéder à une détermination qualitative. La méthode préconisée consiste à coupler un chromatographe en phase gazeuse à un détecteur sélectif de masse ou à un spectromètre FT-IR (6.6), le chromatographe étant programmé selon le réglage utilisé en 9.3.

9.5 Étalonnage

9.5.1 Si des composés d'étalonnage adaptés sont disponibles sur le marché, le facteur de réponse doit être déterminé selon la technique suivante:

9.5.1.1 Peser, à 0,1 mg près, et introduire dans un flacon pour échantillon (6.10) des quantités de composés, déterminés en 9.4, du même ordre de grandeur que leur teneur dans le produit soumis à essai.

Peser et introduire dans le flacon pour échantillon une quantité similaire d'étalon interne (7.1), diluer le mélange à l'aide du solvant de dilution (7.3) et l'injecter dans des conditions identiques à celles qui seront utilisées pour l'échantillon pour essai.

9.5.1.2 Optimiser les paramètres des instruments conformément à 9.3.

9.5.1.3 Injecter de nouveau une quantité appropriée de mélange d'étalonnage dans le chromatographe. Calculer les facteurs de réponse pour chacun des composés conformément à l'Équation (1):

$$r_i = \frac{m_{Ci} \times A_{iS}}{m_{iS} \times A_{Ci}} \quad (1)$$

où

r_i est le facteur de réponse pour le composé i ;

m_{iS} est la masse, en grammes, de l'étalon interne dans le mélange d'étalonnage;

m_{Ci} est la masse, en grammes, du composé i , dans le mélange d'étalonnage;

A_{iS} est l'aire du pic de l'étalon interne; [ISO 11890-2:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae87a42-12c8-486f-8184-9a027948e865/iso-11890-2-2006)

A_{Ci} est l'aire du pic du composé i . <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae87a42-12c8-486f-8184-9a027948e865/iso-11890-2-2006>

9.5.2 Si l'on trouve des pics non identifiés ou s'il n'existe pas de composés adéquats sur le marché, supposer un facteur de réponse de 1,0.

9.6 Préparation des échantillons

Peser, à 0,1 mg près, puis verser dans le flacon pour échantillon environ 1 g à 3 g d'échantillon et une quantité d'étalon interne du même ordre de grandeur que les constituants à analyser. Diluer l'échantillon pour essai avec un volume approprié de solvant de dilution, fermer hermétiquement le flacon et homogénéiser le contenu.

NOTE Les échantillons pigmentés ou délicats peuvent être séparés par centrifugation.

9.7 Détermination quantitative de la teneur en composés

9.7.1 Régler les paramètres des instruments tels qu'ils ont été optimisés au cours de l'étalonnage.

9.7.2 Si le terme COV est utilisé pour des composés dont le point d'ébullition est inférieur à une limite maximale définie (voir Note 3 en 3.1), déterminer le temps de rétention du composé marqueur en procédant à une analyse distincte par chromatographie en phase gazeuse. Ce temps de rétention définit le point final de l'intégration pour la détermination des COV sur le chromatogramme. Utiliser une colonne dont la durée d'élution est en rapport avec le point d'ébullition.