

---

---

**Qualité du sol — Dosage  
des hydrocarbures de C<sub>10</sub> à C<sub>40</sub>  
par chromatographie en phase gazeuse**

*Soil quality — Determination of content of hydrocarbon in the range C<sub>10</sub>  
to C<sub>40</sub> by gas chromatography*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 16703:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf1ee88e-19bf-465d-92a1-c2f76f48a6eb/iso-16703-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf1ee88e-19bf-465d-92a1-  
c2f76f48a6eb/iso-16703-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf1ee88e-19bf-465d-92a1-c2f76f48a6eb/iso-16703-2004)



**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 16703:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf1ee88e-19bf-465d-92a1-c2f76f48a6eb/iso-16703-2004>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2004

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2011

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
4 <b>Interférences</b> .....	2
5 <b>Principe</b> .....	2
6 <b>Réactifs</b> .....	2
7 <b>Appareillage</b> .....	4
8 <b>Échantillonnage, conservation des échantillons et prétraitement</b> .....	5
9 <b>Mode opératoire</b> .....	5
9.1 <b>Préparation de la colonne de purification</b> .....	5
9.2 <b>Dosage à blanc</b> .....	5
9.3 <b>Extraction et purification</b> .....	5
9.4 <b>Dosage par chromatographie en phase gazeuse</b> .....	6
9.5 <b>Contrôle qualité</b> .....	8
10 <b>Fidélité</b> .....	9
11 <b>Rapport d'essai</b> .....	9
<b>Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes en phase gazeuse pour l'étalon d'hydrocarbures d'huiles minérales et les échantillons de sol</b> .....	10
<b>Annexe B (informative) Détermination du domaine d'ébullition des hydrocarbures d'huiles minérales à partir du chromatogramme en phase gazeuse</b> .....	16
<b>Annexe C (informative) Données de fidélité</b> .....	17
<b>Bibliographie</b> .....	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 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 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 16703:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf1ee88e-19bf-465d-92a1-c2f76f48a6eb/iso-16703-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf1ee88e-19bf-465d-92a1-c2f76f48a6eb/iso-16703-2004>

# Qualité du sol — Dosage des hydrocarbures de C<sub>10</sub> à C<sub>40</sub> 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.

La méthode est applicable à des teneurs en huiles minérales (fraction massique) comprises entre 100 mg/kg et 10 000 mg/kg de sol, exprimées sous forme de matière sèche, et peut être adaptée à des limites inférieures de détection.

La présente Norme internationale est applicable au dosage de tous les hydrocarbures ayant un domaine d'ébullition compris entre 175 °C et 525 °C, des *n*-alcane entre C<sub>10</sub>H<sub>22</sub> et C<sub>40</sub>H<sub>82</sub>, des isoalcane, des cycloalcane, des alkylbenzène, des alkylnaphtalène et des composés aromatiques polycycliques, à condition qu'ils ne soient pas absorbés sur la colonne spécifiée pendant l'étape de purification.

La présente Norme internationale n'est pas applicable au dosage quantitatif des hydrocarbures < C<sub>10</sub> provenant des essences.

Compte tenu de la forme des pics du chromatogramme en phase gazeuse obtenu et du point d'ébullition des différents *n*-alcane indiqués à l'Annexe B, il est possible de déterminer le domaine d'ébullition approximatif des huiles minérales et d'obtenir quelques informations qualitatives sur la composition des polluants.

## 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 8466-1:1990, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

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

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

ISO 14507, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques*

### 3 Termes et définitions

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

**3.1 teneur en hydrocarbures**  
(par chromatographie en phase gazeuse) ensemble des composés extractibles à l'acétone/*n*-heptane (2+1) qui ne s'adsorbent pas sur une colonne de Florisil<sup>1)</sup> et qui 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 (C<sub>10</sub>H<sub>22</sub>) et celui du *n*-tétracontane (C<sub>40</sub>H<sub>82</sub>)

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

### 4 Interférences

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

### 5 Principe

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

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 hydrocarbures du sol doit être démontrée.

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

### 6 Réactifs

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

**6.1 Acétone**, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO.

**6.2 *n*-Heptane**, C<sub>7</sub>H<sub>16</sub>.

**6.3 Florisil<sup>1)</sup> pour la préparation de la colonne de purification**, de granulométrie comprise entre 150 µm et 250 µm (60 mesh à 100 mesh), chauffé pendant au moins 16 h à 140 °C et conservé dans un dessiccateur sur un tamis moléculaire.

---

1) Florisil est l'appellation commerciale d'une substance à base de terre de diatomée préparée, principalement constituée de silicate de magnésium anhydre. Florisil est un exemple de produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

NOTE Les cartouches disponibles dans le commerce contenant 2 g de Florisil et 2 g de sulfate de sodium sont également utilisables.

**6.4 Sulfate de sodium anhydre** ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), chauffé pendant au moins 2 h à 550 °C.

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

Dissoudre environ 100 mg d'ester d'octadécyle d'acide *n*-octadécanoïque dans 100 ml de *n*-heptane (6.2).

**6.6 Solution étalon correspondant à la fenêtre de temps de rétention (RTW)**, contenant du *n*-tétracontane et du *n*-décane.

La solution étalon correspondant à la fenêtre de temps de rétention (RTW) est la solution étalon définissant la plage. Peser ( $30 \pm 1$ ) mg de *n*-tétracontane dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre complètement dans un volume approprié de *n*-heptane (6.2), ajouter 30 µl de *n*-décane (environ 21 mg), bien mélanger, compléter au volume avec du *n*-heptane et homogénéiser. Cette solution doit être utilisée à tous les stades de dilution de l'étalon d'hydrocarbures (6.7).

Conserver à température ambiante.

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

**6.7 Solution étalon d'hydrocarbures pour l'étalonnage**<sup>2)</sup>.

Mélanger, en quantités approximativement égales en masse, deux types différents d'huile minérale. Peser ce mélange avec précision et le dissoudre dans la solution étalon RTW (6.6) pour obtenir une concentration massique d'hydrocarbures d'environ 8 g/l.

Il convient que le premier type d'huile (par exemple un carburant diesel) donne des pics discrets sur le chromatogramme en phase gazeuse comme le montre la Figure A.1 (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 en phase gazeuse comme le montre la Figure A.1 (partie droite du chromatogramme). Un type d'huile approprié est par exemple une huile lubrifiante sans additif.

Les solutions d'étalonnage peuvent être préparées par dilution d'une aliquote de cette solution étalon (6.8) avec différents volumes de la solution étalon RTW (6.6).

**6.8 Solution de contrôle.**

Préparer une solution de contrôle séparée conformément à 6.7 en utilisant une concentration d'hydrocarbures correspondant environ au milieu de la plage de travail de la solution étalon de mesure de la performance du système (6.9).

**6.9 Solution étalon de mesure de la performance du système.**

Préparer un mélange, en quantités égales en masse, de *n*-alcanes ayant un nombre de carbone pair compris entre  $\text{C}_{10}$  et  $\text{C}_{40}$  dissous dans du *n*-heptane (6.2), chacun des *n*-alcanes étant présent à une concentration massique de 50 mg/l environ. Conserver à température ambiante.

---

2) Des étalons d'hydrocarbures d'usage général pour l'étalonnage sont disponibles dans le commerce. Des étalons d'étalonnage spécifiques à la présente Norme internationale peuvent être achetés auprès de Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Fachgruppe I.2, Richard-Willstätter-Strasse 11, D-12489 Berlin, Allemagne. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

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.

## 7 Appareillage

**7.1 Verrerie courante de laboratoire**, qui doit être traitée à hautes températures ou être rincée avec de l'acétone (6.1) puis séchée avant utilisation.

**7.2 Dispositif de mélange.**

Un agitateur mécanique effectuant au moins 120 mouvements d'agitation horizontaux par minute, ou un bain à ultrasons, peut être utilisé.

**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 silice fondue, ayant les propriétés suivantes:

- phase stationnaire non polaire: par exemple polydiméthylsiloxane immobilisée à 100 %, polydiméthyl (95 %)-diphényl (5 %) siloxane ou polymère de siloxane modifié; [ISO 16703:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf1ee88e-19bf-465d-92a1-c2170140a6eb/iso-16703-2004)
- longueur: 10 m à 25 m;
- diamètre interne: 0,1 mm à 0,32 mm;
- épaisseur de film: 0,1 µm à 1,0 µm.

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).

Les colonnes à stabilité thermique et faible relargage de phase sont préférées.

L'utilisation d'une pré-colonne, par exemple en silice fondue désactivée de large alésage (0,53 mm de diamètre interne) d'au moins 2 m de longueur adaptée à la colonne analytique et raccordée à celle-ci à l'aide d'un raccord de volume nul, est recommandée.

**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 Récipient d'extraction en verre**, d'un volume d'au moins 100 ml, à bouchon à vis muni d'un joint dont la face interne est en PTFE.

**7.8 Tube en verre**, d'un volume de 25 ml, à bouchon en verre rodé ou à bouchon à vis muni d'un joint dont la face interne est en PTFE.

**7.9 Ampoule à décantier**, d'une capacité d'au moins 500 ml, à bouchon en verre rodé.

### 7.10 Colonne de chromatographie pour purification.

Des colonnes en verre d'environ 10 mm de diamètre interne doivent être utilisées. Il convient d'élargir la partie supérieure de la colonne pour l'utiliser comme réservoir de solvants et de rétrécir la partie inférieure pour former un embout.

## 8 Échantillonnage, 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.

Si ce n'est pas possible, les échantillons doivent être conservés à –18 °C ou moins. Les échantillons doivent être homogénéisés avant analyse.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Préparation de la colonne de purification

Introduire un bouchon en laine de verre prélavée ou un fritté en PTFE dans la colonne (7.10). Ajouter ensuite 2 g de Florisil (6.3) et 2 g de sulfate de sodium (6.4). Préparer la colonne immédiatement avant utilisation.

### 9.2 Dosage à blanc

Pour chaque série d'échantillons, procéder à un dosage à blanc conformément à 9.3 en utilisant tous les réactifs en quantités identiques mais sans échantillon. Si les valeurs du blanc sont inhabituellement élevées (plus de 10 % de la valeur d'intérêt minimale) chaque étape du mode opératoire doit être vérifiée pour déterminer la cause de ces blancs élevés.

### 9.3 Extraction et purification

Peser une quantité exacte (environ 20 g) de l'échantillon de sol brut homogénéisé ou prétraité conformément à l'ISO 14507 dans un récipient d'extraction en verre (7.7) et ajouter (40 ± 1) ml d'acétone (6.1). Après une brève agitation manuelle, ajouter (20 ± 0,1) ml de la solution étalon RTW (6.6). Fermer le récipient et extraire l'échantillon pendant 1 h par agitation mécanique ou traitement aux ultrasons (7.2). Après décantation de la matière solide, transférer le plus possible de surnageant dans une ampoule à décanter (7.9). Pour éliminer l'acétone, laver la phase organique deux fois en agitant soigneusement (5 min) avec 100 ml d'eau. Collecter la phase organique dans un tube en verre (7.8). Ajouter une quantité suffisante de sulfate de sodium de façon à empêcher toute formation de blocs. Transférer 10 ml de l'extrait dans une colonne de purification remplie de Florisil (9.1). Ne pas prélever la colonne avec un solvant organique. Recueillir la totalité de l'éluat. Transférer une aliquote de l'extrait purifié dans un flacon pour CG et analyser par chromatographie en phase gazeuse.

Le cas échéant, des prises d'essai de 5 g à 30 g peuvent être utilisées (par exemple, il convient d'utiliser des prises d'essai plus petites si les échantillons adsorbent la majeure partie du solvant d'extraction ajouté; il convient d'augmenter l'apport d'échantillon si une haute sensibilité est requise).

D'autres méthodes d'extraction, par exemple l'extraction accélérée au solvant (ASE), peuvent être utilisées à condition qu'elles permettent d'obtenir des performances d'extraction comparables.

Il est très important que la colonne de purification soit préparée juste avant utilisation et active, et que l'extrait soit exempt d'acétone [moins de 0,1 % (fraction volumique)], notamment lorsque l'échantillon contient des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) en plus des hydrocarbures d'huiles minérales. S'assurer que les HAP sont adsorbés sur la colonne de purification. Si les pics distincts des HAP sont observés sur le chromatogramme CG-FID (voir l'Annexe A), il convient de le mentionner dans le rapport d'essai.

NOTE Pour améliorer et accélérer la séparation des phases, la centrifugation peut être appliquée à condition que les précautions de sécurité nécessaires, notamment en ce qui concerne les solvants inflammables, soient prises en compte.

## 9.4 Dosage par chromatographie en phase gazeuse

### 9.4.1 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 en phase gazeuse (7.4) de manière à obtenir une séparation optimale. Les *n*-alcanes de la solution étalon de mesure de la performance du système (6.9) doivent être séparés avec retour à la ligne de base. La réponse relative du *n*-tétracontane (C<sub>40</sub>) doit être d'au moins 0,8 par rapport au *n*-éicosane (C<sub>20</sub>).

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

### 9.4.2 Essai de répétabilité

Enregistrer le chromatogramme en phase gazeuse du relargage de phase de la colonne par injection d'un volume approprié de *n*-heptane. Injecter ensuite trois fois le même volume de la solution de contrôle (6.8) de concentration convenable et enregistrer le chromatogramme de chaque injection. Intégrer les chromatogrammes conformément à 9.4.5 et calculer la moyenne des aires de pic mesurées et l'écart-type correspondant. L'écart-type relatif ne doit pas dépasser 5 %.

### 9.4.3 Étalonnage

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.

Effectuer un étalonnage externe en analysant au moins cinq dilutions de solution étalon d'hydrocarbures (6.7) qui doivent couvrir la plage de travail. Calculer une fonction d'étalonnage par analyse de régression linéaire des aires de pic corrigées. Utiliser un chromatogramme du *n*-heptane pour corriger l'aire des pics des chromatogrammes des solutions étalons d'hydrocarbures en tenant compte du relargage de phase de la colonne. À partir de la droite de régression calculée, déterminer la sensibilité réelle de la méthode.

### 9.4.4 Vérification de la validité de la fonction d'étalonnage

Vérifier la validité de la fonction d'étalonnage à l'intérieur de chaque lot d'échantillons en analysant une solution de contrôle séparée (6.8). La vérification de la validité permet d'identifier les problèmes d'étalonnage avant l'analyse des échantillons réels. Vérifier si le résultat se situe dans l'intervalle de  $\pm 10$  % de la valeur de référence de la solution de contrôle. Si tel est le cas, la fonction d'étalonnage réelle est censée être valide. Dans le cas contraire, effectuer un nouvel étalonnage conformément à 9.4.3.

NOTE Du point de vue de l'analyse, il est de bonne pratique d'effectuer à la fois un contrôle d'étalonnage et un contrôle de qualité analytique à l'aide d'une solution séparée placée au hasard pendant l'analyse du lot d'échantillons. Cette solution séparée peut remplir ces deux fonctions.

### 9.4.5 Mesurage

Analyser le blanc (9.2), les extraits d'échantillon (9.3), les étalons (6.7) et les solutions de contrôle (6.8) dans les mêmes conditions de chromatographie en phase gazeuse.

Analyser le *n*-heptane dans chaque lot d'échantillon. Utiliser le chromatogramme obtenu pour corriger les chromatogrammes des blancs (9.2), des extraits d'échantillon (9.3), des étalons (6.7) et des solutions de contrôle (6.8) pour le relargage de phase de la colonne avant l'intégration.

### 9.4.6 Intégration

Intégrer l'aire totale comprise entre les pics du *n*-décane C<sub>10</sub> et du *n*-tétracontane C<sub>40</sub> du chromatogramme. Démarrer l'intégration au temps de rétention suivant immédiatement le pic du *n*-décane au niveau du signal précédant le pic du solvant. Terminer l'intégration de l'aire totale au temps de rétention précédant immédiatement le pic du *n*-tétracontane au même niveau de signal (voir l'Annexe A). Intégrer le *n*-tétracontane (C<sub>40</sub>) comme un pic séparé pour la vérification de la récupération.

La présence de pics sur la traînée du pic du solvant ayant un temps de rétention inférieur à celui du *n*-décane indique que l'échantillon contient des hydrocarbures volatils à faible point d'ébullition. Il convient de mentionner ce fait dans le rapport d'essai.

Une ligne de base non horizontale à la fin du chromatogramme (temps de rétention supérieur à celui du *n*-tétracontane) avec un niveau de signal supérieur au relargage de phase indique que l'échantillon contient des hydrocarbures à point d'ébullition élevé ayant plus de 40 atomes de carbone. Il convient de mentionner ce fait dans le rapport d'essai. Il convient de s'assurer que ces composés sont élués complètement de la colonne, à défaut de quoi ils peuvent provoquer des interférences avec l'analyse ultérieure des échantillons.

Il convient de vérifier visuellement tous les chromatogrammes pour voir si l'intégration est correcte. Les temps de début et de fin d'intégration doivent être visibles sur le chromatogramme.

NOTE 1 La plage des nombres de carbone des *n*-alcanes présents dans l'échantillon est déterminée par comparaison des chromatogrammes en phase gazeuse de l'extrait d'échantillon et de la solution étalon de mesure de la performance du système (6.9). La plage d'ébullition correspondante peut être déterminée à partir de l'Annexe B.

NOTE 2 La forme des pics et l'intensité des signaux du *n*-tétracontane sont sensibles aux changements de propriétés de surface de l'injecteur et/ou de la pré-colonne dus à la contamination par des composants de l'échantillon. Elles peuvent donc indiquer s'il est nécessaire de remplacer la pré-colonne et/ou le liner.

### 9.4.7 Calcul

Calculer la teneur en huiles minérales de l'échantillon de sol à l'aide de l'Equation (1):

$$w_h = \rho \cdot \frac{V_h}{m} \cdot f \cdot \frac{100}{w_s} \quad (1)$$

où

$$\rho = \frac{A_s - b}{a} \quad (2)$$

et où

$w_h$  est la fraction massique d'hydrocarbures de l'échantillon de sol, en milligrammes par kilogramme de matière sèche;

$\rho$  est la concentration massique d'hydrocarbures de l'extrait calculée d'après la fonction d'étalonnage, en milligrammes par litre;

$V_h$  est le volume de l'extrait de *n*-heptane, en millilitres;

$f$  est le facteur de dilution (le cas échéant);

$m$  est la masse de l'échantillon prélevé pour l'analyse, en grammes;

$w_s$  est la teneur en matière sèche de l'échantillon de sol, exprimée en pourcentage (fraction massique), déterminée conformément à l'ISO 11465;