
**Qualité du sol — Dosage des
hydrocarbures aromatiques et halogénés
volatils et de certains éthers par
chromatographie en phase gazeuse —
Méthode par espace de tête statique**

*Soil quality — Gas chromatographic determination of volatile aromatic
and halogenated hydrocarbons and selected ethers — Static
headspace method*
(standards.iteh.ai)

[ISO 22155:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d073f1e0-7167-404d-9310-67aacc22e059/iso-22155-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d073f1e0-7167-404d-9310-67aacc22e059/iso-22155-2011>



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 22155:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d073f1e0-7167-404d-9310-67aacc22e059/iso-22155-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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 Principe	2
4 Réactifs	2
5 Appareillage	5
6 Échantillonnage, conservation et traitement préliminaire des échantillons	6
6.1 Généralités	6
6.2 Échantillonnage par la méthode de flacons préremplis de méthanol	7
6.3 Échantillonnage par la méthode du tube de carottage	7
7 Mode opératoire	7
7.1 Dosage à blanc	7
7.2 Extraction	7
7.3 Analyse par espace de tête	8
7.4 Analyse par chromatographie en phase gazeuse	8
8 Calculs	11
8.1 Calcul de la concentration d'un composé volatil dans un échantillon d'eau	11
8.2 Calcul de la concentration d'un composé volatil dans l'échantillon de sol	11
9 Expression des résultats	12
10 Fidélité	12
11 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Temps de rétention relatifs par rapport à l'éthylbenzène-D10 des hydrocarbures aromatiques volatils et des hydrocarbures halogénés volatils	13
Annexe B (normative) Vérification sur des étalons internes	15
Annexe C (informative) Validation (généralités)	16
Annexe D (informative) Validation pour la voie de contamination sol/homme	19
Bibliographie	22

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 22155 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)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 22155:2005), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d073f1e0-7167-404d-9310-67aacc22e059/iso-22155-2011>

Qualité du sol — Dosage des hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils et de certains éthers par chromatographie en phase gazeuse — Méthode par espace de tête statique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par espace de tête statique pour le dosage quantitatif par chromatographie en phase gazeuse des hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils et de certains éthers aliphatiques dans le sol.

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

La limite de dosage dépend du système de détection utilisé et de la qualité de méthanol utilisé pour l'extraction de l'échantillon de sol.

Dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale, les limites de dosage suivantes (exprimées par rapport à la matière sèche) s'appliquent.

Limite de dosage type lorsque la chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme (CG/FID) est utilisée:

- hydrocarbures aromatiques volatils: 0,2 mg/kg;
- éthers aliphatiques sous forme de méthyl *tert*-butyl éther (MTBE) et de *tert*-amyl méthyl éther (TAME): 0,5 mg/kg.

Limite de dosage type lorsque la chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à capture d'électrons (CG/ECD) est utilisée:

- hydrocarbures halogénés volatils: 0,01 mg/kg à 0,2 mg/kg.

Des limites de dosage plus faibles peuvent être atteintes pour certains composés si l'on utilise la spectrométrie de masse (SM) avec détection sélective des ions (voir Annexe D).

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 10381-1:2002, *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*

ISO 15680, *Qualité de l'eau — Dosage par chromatographie en phase gazeuse d'un certain nombre d'hydrocarbures aromatiques monocycliques, du naphthalène et de divers composés chlorés par dégazage, piégeage et désorption thermique*

ISO 18512, *Qualité du sol — Lignes directrices relatives au stockage des échantillons de sol à long et à court termes*

ISO 22892, *Qualité du sol — Lignes directrices pour l'identification de composés cibles par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse*

3 Principe

Les échantillons pour essai sont prélevés dans un échantillon de sol brut non traité. Pour éviter les pertes de matières volatiles, les échantillons sont prélevés à l'aide d'un tube de carottage en perturbant le moins possible les conditions du sol ou en ajoutant immédiatement le méthanol sur le terrain.

L'échantillon pour essai est extrait à l'aide de méthanol. Une aliquote de l'extrait au méthanol est placée dans un flacon à espace de tête avec une quantité définie d'eau et le flacon est bouché hermétiquement. La température des flacons est stabilisée dans un système thermostaté entre 50 °C et 80 °C pour obtenir des conditions d'équilibre spécifiées. L'analyse par chromatographie en phase gazeuse des composés volatils en phase gazeuse en équilibre avec l'eau dans les flacons est effectuée en utilisant l'injection de l'espace de tête et une colonne capillaire appropriée. Les composés organiques volatils sont détectés avec des détecteurs appropriés, comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD).

L'identification et la quantification s'effectuent par comparaison des temps de rétention et des hauteurs de pics (ou des aires de pics) par rapport à un étalon interne ajouté.

Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, il convient de confirmer l'identité des composés détectés et leur concentration en répétant l'analyse chromatographique en phase gazeuse sur une colonne de polarité différente. Si l'on utilise le couplage chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CG/SM), la confirmation d'identité et la quantification peuvent se faire en une seule opération.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Vérifier si les réactifs sont utilisables pour l'objectif visé et exempts de composés interférents.

4.1 Eau, exempte de contaminants organiques volatils, présentant des perturbations par interférences négligeables comparées à la concentration la plus faible à déterminer. Il convient que la quantité d'eau disponible provenant d'un même lot soit suffisante pour effectuer toutes les analyses et également toutes les préparations.

4.2 Composés étalons internes

4.2.1 Deux étalons internes doivent être choisis de préférence pour le dosage des hydrocarbures aromatiques volatils. Ils ne doivent pas interférer avec les composés présents dans l'extrait au méthanol.

Des exemples d'étalons internes appropriés sont:

— toluène-D8 (N° CAS¹⁾ 2037-26-5);

1) N° CAS: numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service.

- éthylbenzène-D10 (N° CAS 25837-05-2);
- 2-bromofluorobenzène (N° CAS 1072-85-1).

4.2.2 Deux étalons internes doivent être choisis de préférence pour le dosage des hydrocarbures halogénés volatils. Ils ne doivent pas interférer avec les composés présents dans l'extrait au méthanol.

Des exemples d'étalons internes appropriés sont:

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

4.3 Hydrocarbures aromatiques volatils.

Composé	N° 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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d073f1e0-7167-404d-9310-c22e059/iso-22155-2011>

4.4 Hydrocarbures halogénés volatils

Composé	N° 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-Dichloroéthène	156-59-2
<i>trans</i> -1,2-Dichloroéthène	156-60-5
3-Chloropropène	107-05-1
Trichloroéthène	79-01-6
Tétrachloroéthène	127-18-4

ISO 22155:2011(F)

Monochlorobenzène	108-90-7
1,2-Dichlorobenzène	95-50-1

4.5 Éthers aliphatiques.

Composé	N° CAS
Méthyl <i>tert</i> -butyl éther (MTBE)	1634-04-4
<i>tert</i> -Amyl méthyl éther (TAME)	994-05-8

NOTE Cette méthode peut être étendue à d'autres composés organiques volatils non inclus dans la présente Norme internationale, dans la mesure où elle est validée pour chaque nouveau composé.

4.6 Méthanol (N° CAS 67-56-1), utilisé comme solvant pour l'extraction d'échantillons de sol et pour la préparation des solutions étalons.

NOTE D'autres solvants facilement solubles dans l'eau et qui n'interfèrent pas avec le processus analytique peuvent également être utilisés, par exemple le diméthylformamide (DMF) et le diméthylsulfoxyde (DMSO).

4.7 Gaz vecteurs pour la chromatographie en phase gazeuse, hélium, azote ou mélange d'argon et de méthane ultra-pur. Les autres gaz pour chromatographie en phase gazeuse doivent être utilisés conformément aux instructions du fabricant des instruments.

4.8 Solutions étalons.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.itech.ai)

4.8.1 Solutions mères étalons pour composés volatils dans le méthanol.

Préparer les solutions mères en ajoutant une quantité définie (par exemple 100 µl) des divers composés étalons (4.3, 4.4 et 4.5) avec une microseringue. Plonger le bout de l'aiguille dans le méthanol et peser avec une précision de 0,1 mg.

NOTE 1 Une concentration adéquate (4 mg/ml) de solution mère étalon est obtenue en pesant 100 mg de la substance étalon et en la dissolvant dans 25 ml de solvant. La solution mère est stable pendant environ six mois si elle est conservée à -18 °C.

NOTE 2 Il est également possible, pour des raisons pratiques, de préparer des solutions mères étalons contenant plusieurs composés étalons.

4.8.2 Solutions mères étalons internes dans le méthanol.

Préparer les solutions mères étalons internes à partir des différents composés étalons internes (4.2.1 et 4.2.2) avec le même mode opératoire qu'en 4.8.1.

Les récipients contenant les solutions doivent être pesés de façon à détecter toute perte du solvant par évaporation. Les solutions doivent être conservées à une température de 4 °C ± 2 °C et à l'abri de la lumière. Elles doivent être amenées à température ambiante avant utilisation.

4.8.3 Solutions étalons mixtes intermédiaires.

Préparer les solutions étalons mixtes intermédiaires en mélangeant un volume défini de chacune des solutions mères étalons, puis en diluant avec du méthanol ou en diluant des solutions mères étalons déjà mélangées.

NOTE La concentration type est de 40 µg/ml.

Conserver les solutions étalons mixtes intermédiaires à 4 °C ± 2 °C pendant une durée maximale de trois mois.

4.8.4 Solutions étalons de travail.

Préparer au moins cinq solutions de concentration différente (par exemple de 0,2 µg/ml à 3,2 µg/ml) par dilution appropriée de solutions étalons mixtes intermédiaires, en ajoutant 50 µl à 500 µl de ces solutions dans le méthanol (10 ml) à l'aide d'une microseringue.

4.8.5 Solutions étalons internes de travail.

Préparer les solutions étalons internes de concentration définie (par exemple 0,4 µg/ml) comme décrit en 4.8.3 et en 4.8.4.

4.8.6 Solutions aqueuses d'étalonnage.

Préparer les solutions d'étalonnage (voir Tableau 1) en ajoutant une quantité définie (par exemple 50 µl) de solutions étalons de travail et de solutions étalons internes à un volume défini d'eau (par exemple 10 ml) dans un flacon à espace de tête approprié. Utiliser une seringue et plonger le bout de l'aiguille dans l'eau. Fermer le flacon de façon hermétique avec un bouchon serti, muni d'un septum revêtu de polytétrafluoréthylène (PTFE). Le volume total de méthanol utilisé pour l'étalonnage doit être le même que pour l'extraction au méthanol de l'échantillon de sol (voir 7.3). Vérifier que, dans la solution aqueuse d'étalonnage finale, la teneur en solvant organique ne dépasse pas une fraction volumique de 2 %.

Tableau 1 — Exemple de préparation des solutions d'étalonnage

Solution d'étalonnage	Solution étalon de travail (4.8.4) µl	Solution étalon interne de travail (4.8.5) µl	Concentration dans la solution étalon de travail µg/ml	Quantité dans la solution d'étalonnage de 10 ml d'eau (échantillon) ng	Concentration dans la solution aqueuse d'étalonnage µg/l
1	50	50 (méthanol)	0	0	0
2	50	50	0,2	10	1
3	50	50	0,4	20	2
4	50	50	0,8	40	4
5	50	50	1,6	80	8
6	50	50	3,2	160	16

5 Appareillage

Utiliser de la verrerie courante de laboratoire, exempte de composés interférents.

Toute la verrerie doit être lavée conformément aux pratiques habituelles pour ce type d'analyse.

5.1 Flacons en verre munis d'un septum approprié

Flacons en verre (de 50 ml à 100 ml), à bouchon à vis, munis d'un septum revêtu de PTFE, pour les échantillons de sol brut prélevés sur le terrain. Flacons en verre (de 10 ml pour 5 ml d'eau à 22 ml pour 10 ml d'eau), munis d'un septum revêtu de PTFE et d'un bouchon métallique serti, compatible avec le système à espace de tête raccordé à un système de chromatographie en phase gazeuse approprié. Les flacons doivent pouvoir être bouchés hermétiquement aussi bien sur le terrain qu'à des températures élevées.

5.2 Pincés à sertir.

5.3 Système à espace de tête.

Cette méthode a été élaborée pour utiliser un analyseur à espace de tête équilibré, totalement automatisé, disponible chez divers fabricants. Le système utilisé doit respecter les spécifications suivantes.

Le système doit être capable de maintenir les flacons à une température constante (entre 50 °C et 80 °C).

Le système doit être capable de transférer avec exactitude une partie représentative de l'échantillon de l'espace de tête dans un chromatographe en phase gazeuse, équipé de colonnes capillaires.

5.4 Agitateur

Agitateur animé d'un mouvement horizontal (200 mouvements à 300 mouvements par minute).

5.5 Colonnes capillaires

Colonnes capillaires en silice fondue avec phase stationnaire non polaire ou semi-polaire permettant une séparation suffisante des composés d'intérêt. Un film épais de phase stationnaire augmente l'efficacité de la séparation des composés plus volatils.

Des exemples sont donnés en 7.4.

5.6 Chromatographe en phase gazeuse

Chromatographe en phase gazeuse équipé d'un ou de deux détecteurs appropriés. Des détecteurs à ionisation de flamme (FID), à capture d'électrons (ECD), à photo-ionisation (PID) ou à conductivité électrolytique (ELCD) et un spectromètre de masse (SM) peuvent être utilisés en fonction des substances à analyser et de leur niveau cible de contamination. Il convient que le spectromètre de masse puisse fonctionner sur toute la plage des masses intéressantes et comporte un système de traitement des données capable de quantifier les ions à partir des valeurs m/z sélectionnées.

5.7 Intégrateur électronique ou ordinateur avec logiciel de chromatographie.

5.8 Seringues, de volume 5 µl, 10 µl, 50 µl, 100 µl, 250 µl et 500 µl.

6 Échantillonnage, conservation et traitement préliminaire des échantillons

6.1 Généralités

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'ISO 10381-1 avec un équipement conforme à l'ISO 10381-2 après coordination avec le laboratoire d'analyse.

Les échantillons doivent être analysés le plus vite possible. Les échantillons doivent être conservés au froid conformément à l'ISO 18512. Les échantillons ne doivent pas subir de traitement préalable. Il faut éviter le plus possible l'exposition des échantillons à l'air, même durant l'échantillonnage.

Pour les composés volatils, l'échantillonnage peut être effectué par différentes techniques. Il est fortement recommandé d'utiliser l'un des modes opératoires décrits en 6.2 et 6.3, afin d'éviter les pertes par volatilisation.

Déterminer la teneur en matière sèche de l'échantillon de sol brut conformément à l'ISO 11465. Lorsque la méthode d'échantillonnage décrite en 6.2 est utilisée, il convient de livrer au laboratoire un échantillon séparé pour la détermination de la matière sèche.

6.2 Échantillonnage par la méthode de flacons préremplis de méthanol

Ajouter, à l'aide d'un dispositif approprié, un volume défini de sol dans un flacon préalablement pesé et rempli d'un volume défini de méthanol (4.6). Nettoyer le haut du récipient avant son bouchage pour éviter les fuites.

Il convient de prélever les échantillons de sol dans le matériau brut non perturbé à l'aide d'un outil de carottage approprié de volume connu, par exemple une seringue jetable en plastique de 20 ml modifiée par découpage de sa pointe. Il est recommandé de recueillir l'échantillon immédiatement après l'ouverture de la carotte de sol brut en utilisant, par exemple, un échantillonneur à fenêtre ou une fosse pédologique. Il convient d'éviter, si possible, de prélever des matériaux tels que des racines ou des pierres.

S'assurer que l'échantillon est complètement recouvert de méthanol (4.6). Fermer ensuite le bouchon muni d'un septum revêtu de PTFE. Au moins un échantillon à blanc par site doit être préparé sur place en ouvrant le flacon préparé pendant le même intervalle de temps que celui nécessaire au remplissage avec l'échantillon de sol. Ajouter le méthanol (4.6) et fermer le bouchon du flacon.

Il convient de conserver les flacons d'échantillonnage à l'abri de la lumière dans des boîtes réfrigérées (avant et après l'échantillonnage) et pendant tout le transport. Pour plus de détails, voir l'ISO 18512.

6.3 Échantillonnage par la méthode du tube de carottage

En prélevant un échantillon non perturbé, cette méthode réduit grandement ou élimine les pertes courantes (par exemple par évaporation, diffusion, adsorption sur les matières plastiques). Cette méthode nécessite un tube de carottage en acier inoxydable d'un volume minimal de 200 ml qui est rempli in situ, retiré et bouché avec un matériau non perméable, par exemple acier inoxydable ou feuille d'aluminium. Il convient de remplir entièrement le tube.

NOTE Cette méthode n'est pas adaptée aux sols très rocailloux.

Conserver au froid à une température de 2 °C à 8 °C pendant 4 jours au maximum; voir l'ISO 18512.

Pendant le quartage de l'échantillon au laboratoire, veiller à ne pas perdre de composés volatils. Commencer dès que possible avec l'échantillon réfrigéré. Utiliser la totalité du contenu du tube de carottage ou prélever un sous-échantillon à l'aide d'un instrument adapté, par exemple un vide-pomme, et le mettre directement dans le flacon (voir 7.2).

7 Mode opératoire

7.1 Dosage à blanc

Un dosage à blanc doit être effectué pour chaque série d'échantillons en ajoutant de 10 µl à 100 µl de méthanol (4.6) à 5 ml à 10 ml d'eau (4.1), comme cela est fait sur un échantillon. Vérifier l'absence de contamination par l'atmosphère du laboratoire.

7.2 Extraction

Lorsque la méthode d'échantillonnage décrite en 6.2 est utilisée, l'extraction est effectuée sur le terrain; lorsque la méthode d'échantillonnage décrite en 6.3 est utilisée, l'extraction est effectuée au laboratoire.

Prélever une quantité définie d'échantillon pour essai (25 g à 50 g) de la manière indiquée pour l'échantillonnage (Article 6) avec un dispositif d'échantillonnage et la placer dans un flacon (50 ml à 100 ml) (voir 6.2) préalablement pesé et rempli d'une quantité définie de méthanol (25 ml à 50 ml), puis visser le bouchon muni d'un septum revêtu de PTFE. Peser les flacons, les placer sur l'agitateur à mouvement horizontal (5.4) et agiter pendant 30 min.