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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
Soil quality — Gas chromatographic determination of the content of volatile aromatic hydrocarbons, naphthalene and volatile halogenated hydrocarbons — Purge-and-trap method with thermal desorption

ISO 15009:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae11a7f8-213e-4bd9-88c8-318d0c337aa2/iso-15009-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15009:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae11a7f8-213e-4bd9-88c8-318d0c337aa2/iso-15009-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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
4.1 Eau, exempte d'hydrocarbures aromatiques volatils et d'hydrocarbures halogénés volatils	2
4.2 Composés étalons internes	3
4.3 Composés étalons	3
4.4 Méthanol (numéro CAS 67-56-1)	4
4.5 Agent d'adsorption	4
4.6 Eau de refroidissement, pour la purge et le piégeage	4
4.7 Gaz vecteur inerte, pour le chromatographe en phase gazeuse	4
4.8 Azote ou hélium, utilisé comme gaz inerte pour le dispositif de purge	4
4.9 Solutions étalons	4
5 Appareillage	5
6 Échantillonnage, conservation et traitement préliminaire des échantillons	7
6.1 Généralités	7
6.2 Échantillonnage à l'aide de flacons préalablement remplis de méthanol	7
6.3 Échantillonnage par la méthode du tube de carottage	8
7 Mode opératoire	8
7.1 Détermination à blanc	8
7.2 Extraction	8
7.3 Purge et piégeage	8
7.4 Analyse par chromatographie en phase gazeuse	9
8 Calcul	11
9 Expression des résultats	11
10 Fidélité	11
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 sur les colonnes suivantes: CP-Sil 5 CB et CP-Sil 13 CB	13
Annexe B (normative) Vérification des étalons internes	14
Annexe C (informative) Validation	15
Annexe D (informative) Informations sur les instruments de purge et de piégeage	18
Bibliographie	20

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 15009:2002), qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15009:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae11a7f8-213e-4bd9-88c8-318d0c337aa2/iso-15009-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae11a7f8-213e-4bd9-88c8-318d0c337aa2/iso-15009-2012>

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

1 Domaine d'application

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

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

NOTE En cas de sols tourbeux insaturés, une absorption de la solution d'extraction peut avoir lieu.

La limite inférieure de détermination dépend du matériel utilisé et de la qualité du 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:

- a) Limite de dosage type lorsque le couplage chromatographie en phase gazeuse/détection par ionisation de flamme (CG/FID) est utilisé:
- hydrocarbures aromatiques volatils: 0,1 mg/kg.
- b) Limite de dosage type lorsque le couplage chromatographie en phase gazeuse/détecteur à capture d'électrons (CG/ECD) est utilisé:
- hydrocarbures halogénés volatils: 0,01 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.

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 4799, *Verrerie de laboratoire — Réfrigérants*

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

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

ISO 10381-5, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 5: Lignes directrices pour la procédure d'investigation des sols pollués en sites urbains et industriels*

ISO 11465:1993/Cor. 1:1994, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique — Rectificatif technique 1*

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. Après centrifugation, une partie de l'extrait de méthanol est placée dans un récipient de purge rempli d'eau. Les composés volatils sont entraînés avec de l'azote ou de l'hélium et adsorbés par un agent d'adsorption approprié. Une désorption thermique des composés adsorbés est effectuée, puis ils sont dirigés vers un chromatographe en phase gazeuse au moyen d'un courant de gaz vecteur, directement ou par l'intermédiaire d'un piège de refroidissement. Les différents composés sont ensuite séparés à l'aide d'une colonne capillaire avec une phase stationnaire de faible polarité. Les 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 des composés sont réalisées par comparaison des temps de rétention et des hauteurs de pics (ou aires de pics) avec ceux d'un étalon interne et ceux d'une solution étalon externe. L'efficacité du mode opératoire dépend de la composition du sol examiné. Le mode opératoire décrit ne prend pas en considération l'extraction incomplète causée par la structure et la composition de l'échantillon de sol.

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.

NOTE 1 La présente Norme internationale suit la description d'une «méthode de purge et de piégeage hors ligne». Les instruments en ligne vendus dans le commerce peuvent être utilisés si des résultats équivalents sont obtenus au cours de leur validation. Avec un tel instrument, la purge et le piégeage s'effectuent en ligne avec la chromatographie en phase gazeuse et la détection. Suivre le manuel du fabricant particulièrement en ce qui concerne les éléments listés en 5.1.1 à 5.1.9, composant l'appareillage.

NOTE 2 D'autres techniques d'injection, telles que la méthode par espace de tête statique suivie d'une désorption thermique (voir l'ISO 22155) ou d'une micro-extraction en phase solide (SPME), peuvent être utilisées si leur aptitude à l'emploi est prouvée.

4 Réactifs

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

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

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

4.2 Composés étalons internes

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

Exemples d'étalons internes appropriés:

- toluène-D8 (numéro CAS 2037-26-5);
- éthylbenzène-D10 (numéro CAS 25837-05-2);
- 2-bromofluorobenzène (numéro CAS 1072-85-1).

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

Exemples d'étalons internes appropriés:

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

4.3 Composés étalons

4.3.1 Hydrocarbures aromatiques volatils

- Benzène (numéro CAS 71-43-2);
- toluène (numéro CAS 108-88-3);
- éthylbenzène (numéro CAS 100-41-4);
- *o*-xylène (numéro CAS 95-47-6);
- *m*-xylène (numéro CAS 108-38-3);
- *p*-xylène (numéro CAS 106-42-3);
- styrène (numéro CAS 100-42-5);
- naphthalène (numéro CAS 91-20-3).

4.3.2 Hydrocarbures halogénés volatils

- Dichlorométhane (numéro CAS 75-09-2);
- trichlorométhane (numéro CAS 67-66-3);
- tétrachlorométhane (numéro CAS 56-23-5);
- 1,1-dichloroéthane (numéro CAS 75-34-3);
- 1,2-dichloroéthane (numéro CAS 107-06-2);
- 1,1,1-trichloroéthane (numéro CAS 79-01-6);
- 1,1,2-trichloroéthane (numéro CAS 79-00-5);
- 1,2-dichloropropane (numéro CAS 78-87-5);
- 1,2,3-trichloropropane (numéro CAS 98-18-4);

- *cis*-1,3-dichloropropène (numéro CAS 10061-01-5);
- *trans*-1,3-dichloropropène (numéro CAS 10061-02-6);
- *cis*-1,2-dichloroéthène (numéro CAS 156-59-2);
- *trans*-1,2-dichloroéthène (numéro CAS 156-60-5);
- 3-chloropropène (numéro CAS 107-05-1);
- trichloroéthène (numéro CAS 79-01-6);
- tétrachloroéthène (numéro CAS 127-18-4);
- monochlorobenzène (numéro CAS 108-90-7);
- 1,2-dichlorobenzène (numéro CAS 95-50-1).

4.4 Méthanol (numéro CAS 67-56-1)

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

4.5 Agent d'adsorption

Polymère de 2,6-diphényl-*p*-phénate (40 mesh à 60 mesh) d'une qualité appropriée pour la désorption thermique.

NOTE 1 Le 2,6-diphényl-*p*-phénate est disponible sur le marché sous le nom de Tenax TA¹⁾.

NOTE 2 D'autres agents d'adsorption peuvent être utilisés, à condition que des essais aient permis de vérifier leur aptitude à l'emploi.

ISO 15009:2012

4.6 Eau de refroidissement, pour la purge et le piégeage

La température de l'eau de refroidissement dépend des dimensions de l'équipement de purge et de piégeage (5.1). Il est recommandé d'utiliser une température de 10 °C environ. Un cryostat doit être utilisé si la température de l'eau utilisée pour le refroidissement est trop élevée.

4.7 Gaz vecteur inerte, pour le chromatographe 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 Azote ou hélium, utilisé comme gaz inerte pour le dispositif de purge

4.9 Solutions étalons

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

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

NOTE La solution mère est stable pendant environ 6 mois si elle est conservée à -18 °C.

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

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

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

Les récipients contenant les solutions doivent être marqués ou pesés de façon à permettre de détecter toute perte du solvant par évaporation. Les solutions doivent être conservées à l'abri de la lumière, à une température de $4\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Elles doivent être ramenées à température ambiante avant utilisation.

4.9.3 Solutions d'étalonnage

Solutions d'étalonnage, contenant de 0 mg/l à 200 mg/l de chaque étalon (4.3) et les composés étalons internes choisis (4.2), 200 mg/l. Les solutions d'étalonnage sont préparées dans du méthanol.

Diluer les quantités indiquées dans le Tableau 1 des solutions obtenues conformément à 6.2 et 6.3 avec du méthanol (4.4) jusqu'à 100 ml.

On peut utiliser d'autres volumes de méthanol, à condition d'avoir démontré leur pertinence.

Tableau 1 — Exemple pour la préparation des solutions d'étalonnage

Solution d'étalonnage	Solution étalon interne (4.9.2) ml	Solution étalon mère (4.9.1) ml	Concentration de la solution d'étalonnage mg/l	Quantité, en $\mu\text{g}/5\text{ }\mu\text{l}$, de solution d'étalonnage dans 100 ml d'eau (échantillon)
1	5	0	0	0
2	5	1	40	0,2
3	5	2	80	0,4
4	5	3	120	0,6
5	5	4	160	0,8
6	5	5	200	1,0

Le volume total de méthanol utilisé pour l'étalonnage doit être le même que celui qui sera utilisé pour l'extraction au méthanol de l'échantillon de sol (voir 7.2).

5 Appareillage

Verrerie courante de laboratoire, exempte de composés interférents.

La verrerie doit être nettoyée conformément aux méthodes habituelles pour ce type d'analyse.

5.1 Dispositif de purge et de piégeage

L'instrument décrit ici convient pour une méthode de purge et de piégeage hors ligne. Comme mentionné dans la Note 1 de l'Article 3, il est permis d'utiliser des systèmes automatiques disponibles sur le marché, à condition que les exigences de la présente Norme internationale soient satisfaites. L'Annexe D donne quelques recommandations pour l'utilisation de tels systèmes.

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

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

5.1.3 Robinet d'arrêt à bille et coupelle, muni d'un joint en polytétrafluoréthylène (PTFE).

5.1.4 Réglage du débit. Le débit de l'azote doit être de 40 ml/min \pm 2 ml/min.

5.1.5 Tube d'alimentation pour le thermocouple.

5.1.6 Réfrigérant de type Allin ou Graham (voir l'ISO 4799).

5.1.7 Bouchon, avec bague d'étanchéité, en caoutchouc de silicone avec garniture en PTFE.

5.1.8 Tubes d'adsorption, en verre ou en acier inoxydable, remplis avec au moins 240 mg d'agent d'adsorption (4.5).

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

Avant utilisation, activer et purifier l'adsorbant en chauffant doucement les tubes à 250 °C et en les maintenant à cette température pendant 3 h, avec un débit d'azote de 10 ml/min. Refroidir l'adsorbant dans l'azote et procéder à l'analyse des tubes. Le résultat d'une détermination à blanc ne doit pas dépasser l'équivalent de 1 ng d'un composé à analyser. Lorsque le résultat est supérieur à cette valeur, l'adsorbant doit subir une nouvelle désorption.

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

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

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

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

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

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

5.4 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 la phase stationnaire augmente l'efficacité de séparation des composés les plus volatils.

Des exemples sont donnés en 7.4 et dans l'Annexe A.

5.5 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 qu'il comporte un système de traitement des données capable de quantifier les ions à partir des valeurs m/z sélectionnées.

5.6 Appareil de désorption thermique.

L'appareil utilisé doit répondre aux exigences suivantes:

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

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

5.7 Intégrateur électronique ou enregistreur automatique.

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

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

6 Échantillonnage, conservation et traitement préliminaire des échantillons

iTeh STANDARD PREVIEW

6.1 Généralités

(standards.iteh.ai)

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'ISO 10381-1 et à l'ISO 10381-5 selon le cas approprié, avec un équipement conforme à l'ISO 10381-2 après coordination avec le laboratoire d'analyse.

Les échantillons doivent être analysés dès que possible après leur réception au laboratoire. Si nécessaire, les échantillons doivent être conservés au froid conformément à l'ISO 18512. Les échantillons ne subissent pas de traitement préalable. L'exposition des échantillons à l'air doit être évitée, même durant l'échantillonnage.

Les échantillons utilisés pour le dosage des composés volatils peuvent être obtenus selon plusieurs techniques. Les méthodes décrites en 6.2 et 6.3 sont vivement recommandées.

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 le dosage de la matière sèche.

6.2 Échantillonnage à l'aide de flacons préalablement remplis de méthanol

À l'aide d'un dispositif approprié, introduire un volume défini de sol dans un flacon préalablement pesé et rempli d'un volume défini de méthanol (4.4). 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 à usage unique 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 après l'ouverture d'une fosse pédologique. Il convient d'éviter, autant que possible, le prélèvement de matériaux tels que des racines ou des pierres.

Vérifier que l'échantillon est complètement recouvert de méthanol (4.4). Visser ensuite le bouchon muni d'un septum revêtu de PTFE sur le flacon. 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 (4.4) et refermer 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.