
**Qualité du sol — Hydrocarbures de
pétrole à risque —**

Partie 1:

**Détermination des fractions
aliphatiques et aromatiques des
hydrocarbures de pétrole volatiles par
chromatographie en phase gazeuse
(méthode par espace de tête statique)**

ISO 16558-1:2015
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1860a04a-0e38-49a5-995a-55030e291000/iso-16558-1>

*Soil quality — Risk-based petroleum hydrocarbons —
Part 1: Determination of aliphatic and aromatic fractions of
volatile petroleum hydrocarbons using gas chromatography (static
headspace method)*



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16558-1:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b0a04a-0e38-49a5-995a-539c30efe399/iso-16558-1-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Interférences	3
5 Principe	3
6 Réactifs	4
7 Appareillage	7
8 Échantillonnage, conservation et prétraitement des échantillons	8
8.1 Généralités.....	8
8.2 Échantillonnage à l'aide de flacons pré-remplis de méthanol.....	9
8.3 Échantillonnage selon la méthode du tube carottier.....	9
9 Mode opératoire	9
9.1 Dosage à blanc.....	9
9.2 Extraction.....	10
9.3 Analyse selon la technique de l'espace de tête.....	10
9.4 Analyse par chromatographie en phase gazeuse.....	10
9.4.1 Généralités.....	10
9.4.2 Étalonnage.....	11
9.4.3 Mesurage.....	12
10 Calcul	13
10.1 Calcul de la concentration dans l'échantillon d'eau dopé.....	13
10.1.1 Hydrocarbures aromatiques volatils avec la méthode de l'étalon interne.....	13
10.1.2 Fractions aliphatiques volatiles.....	13
10.2 Calcul de la concentration d'un composé volatil ou d'une fraction volatile dans l'échantillon de sol.....	14
10.3 Calcul de la concentration d'une huile volatile dans l'échantillon de sol.....	14
11 Expression des résultats	14
12 Fidélité	14
13 Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes CPG/SM de carburants	15
Bibliographie	17

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/1860a04a-0e58-49a5-995a-539c30efe399/iso-16558-1-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

L'ISO 16558 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité du sol — Hydrocarbures de pétrole à risque*:

- *Partie 1: Détermination des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole volatils par chromatographie en phase gazeuse (méthode par espace de tête statique)*
- *Partie 2: Détermination des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole semi-volatils par chromatographie en phase gazeuse avec détection d'ionisation de la flamme (GC/FID) [Spécification technique]*

Introduction

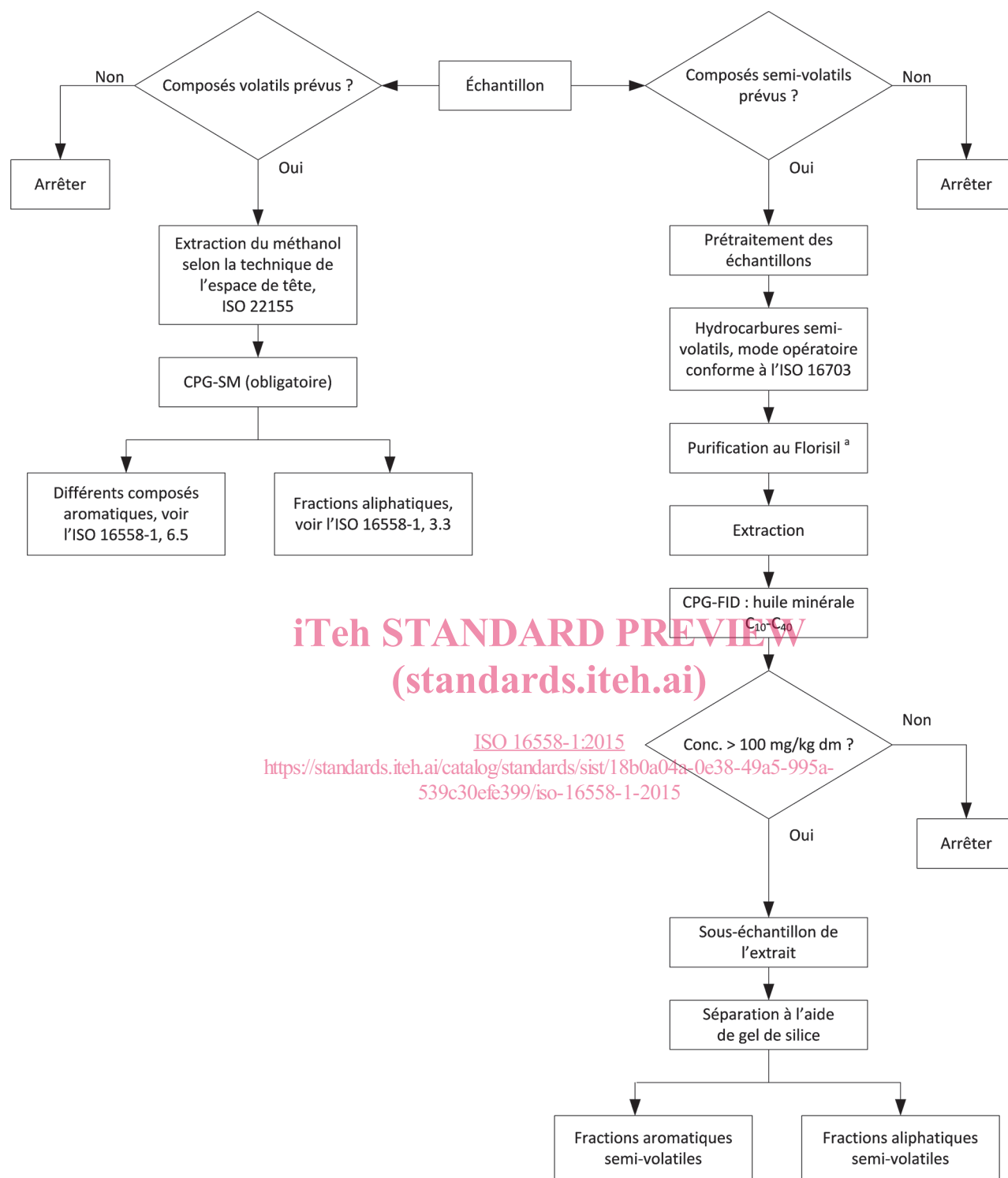
L'ISO 11504 établit une base concernant le choix des fractions et des composés individuels lors de la réalisation d'une analyse des hydrocarbures de pétrole dans les sols et les matériaux constitutifs du sol, y compris les sédiments. Elle fournit des lignes directrices concernant l'utilisation appropriée des résultats analytiques lors de l'évaluation des risques. La présente partie de l'ISO 16558 spécifie des méthodes de dosage quantitatif des fractions appropriées de composés aliphatiques et aromatiques. Les méthodes décrites reposent sur des normes existantes [huile minérale (ISO 16703) et hydrocarbures volatils (ISO 22155)].

La [Figure 1](#) illustre l'utilisation générale et la relation entre les deux différentes parties de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 16558-1:2015](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b0a04a-0e38-49a5-995a-539c30efe399/iso-16558-1-2015>



iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 16558-1:2015
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b0a04a-0e38-49a5-995a-539c30efe399/iso-16558-1-2015>

Légende

- ^a Purification au Florisil^b: Uniquement applicable en cas d'essai conforme à l'ISO 16703. Si les fractions aliphatiques et aromatiques doivent être analysées, il convient de ne pas effectuer la purification au Florisil. Florisil® est une appellation commerciale d'une substance de terre de diatomée préparée, principalement constituée de silicate de magnésium anhydre.
- ^b Florisil® est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

Figure 1 — Utilisation de différentes Normes internationales analytiques lors de l'évaluation des risques des hydrocarbures pétroliers

Qualité du sol — Hydrocarbures de pétrole à risque —

Partie 1:

Détermination des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole volatiles par chromatographie en phase gazeuse (méthode par espace de tête statique)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16558 spécifie une méthode de dosage quantitatif des fractions aliphatiques et aromatiques volatiles extractibles totales des hydrocarbures de pétrole dans des échantillons humides par chromatographie en phase gazeuse avec détection spectrométrique de masse. Les fractions aromatiques sont dosées par l'ensemble des composés aromatiques individuels.

L'ensemble des fractions aliphatiques (C₅ à C₁₀) et aromatiques (C₆ to C₁₀) volatiles peut être désigné par l'expression «huile volatile».

Les résultats de l'essai effectué peuvent être utilisés pour les études d'évaluation des risques liées aux contaminations par les hydrocarbures de pétrole.

La présente partie de l'ISO 16558 propose une méthode applicable aux teneurs en hydrocarbures de pétrole d'environ 5 mg/kg de sol, exprimées sous forme de matière sèche pour la fraction aliphatique totale C₅ à C₁₀ et d'environ 5 mg/kg de sol, exprimées sous forme de matière sèche pour la fraction aromatique dans le domaine d'ébullition de C₆ à C₁₀.

Grace à cette méthode, tous les hydrocarbures ayant une température d'ébullition comprise entre 36 °C et 184 °C, les *n*-alcane de C₅H₁₂ à C₁₀H₂₂, les isoalcane, les cycloalcane, les BTEX et les composés de di- et trialkylbenzène sont dosés sous forme d'hydrocarbures de pétrole volatils totaux C₅ à C₁₀. De plus, les fractions aliphatiques et aromatiques volatiles sont spécifiées.

Pour le dosage des fractions aliphatiques et aromatiques semi-volatiles des hydrocarbures de pétrole dans les échantillons de sol, voir l'ISO/TS 16558-2.

NOTE Les sous-fractions proposées dans la présente partie de l'ISO 16558 se sont révélées adaptées aux études d'évaluation des risques. Cependant, d'autres sous-fractions entre C₅H₁₂ et C₁₀H₂₂ peuvent être dosées conformément à la présente partie de l'ISO 16558.

Compte tenu de la forme des pics du chromatogramme en phase gazeuse et du point d'ébullition des différents alcanes indiqués à l'[Annexe A](#), il est possible de déterminer le domaine d'ébullition approximatif des huiles minérales et de recueillir quelques informations qualitatives sur la composition des polluants.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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, *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 16558-1:2015(F)

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

ISO 10381-2, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 2: Guide relatif aux techniques d'échantillonnage*

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

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

ISO 22155, *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*

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

3 Termes et définitions

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

3.1 teneur totale en fractions d'hydrocarbures de pétrole volatils par chromatographie en phase gazeuse

ensemble des composés extractibles avec du méthanol qui peuvent être mesurés par chromatographie en phase gazeuse avec espace de tête avec un détecteur spectrométrique de masse et élués sur une colonne capillaire non polaire avec des temps de rétention compris entre ceux du *n*-pentane (C₅H₁₂) EC 5 et de l'hexane (C₆H₁₄) EC 6, entre ceux de l'EC 6 et du *n*-octane (C₈H₁₈) EC 8 et entre ceux de l'EC 8 et du 1,2-diéthylbenzène (C₁₀H₁₄) EC 10

Note 1 à l'article: Les substances répondant à cette définition sont principalement des hydrocarbures oléfiniques, alicycliques, aliphatiques à chaîne courte ou ramifiés et du BTEX ou des hydrocarbures aromatiques substitués alkylés.

3.2 composés aromatiques volatils et fraction entre EC 9 et 10 des hydrocarbures de pétrole

composés BTEX monoaromatiques individuels et fraction entre EC 9 à 10 contenant des composés aromatiques di et trialkylés, qui peuvent être mesurés par chromatographie en phase gazeuse avec espace de tête avec un détecteur spectrométrique de masse

Note 1 à l'article: Des exemples de composés sont donnés dans le [Tableau 1](#).

3.3 fractions aliphatiques volatiles d'hydrocarbures de pétrole

valeurs quantitatives pour les fractions aliphatiques des hydrocarbures de pétrole volatils (hydrocarbures oléfiniques, alicycliques ramifiés et paraffiniques à chaîne courte) entre EC 5 à 6, 6 à 8 et 8 à 10, qui peuvent être mesurées par chromatographie en phase gazeuse avec espace de tête avec un détecteur spectrométrique de masse

Note 1 à l'article: Des exemples de composés sont donnés dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Gammes de nombres EC et exemples de composés aliphatiques et aromatiques respectifs

Type de structure	Gamme de nombres EC Nombre de carbones des <i>n</i> -alcane	Domaine d'ébullition °C	Exemples de composés
Composés aliphatiques	5 à 6	≥ 36 à 69	Pentane, 2- et 3-méthylpentane, 2,2- et 2,3-diméthylbutane, cyclopentane, 2,3-diméthylbutadiène, hexane
	> 6 à 8	> 69 à 128	Cyclohexane, méthylcyclopentane, diméthylcyclopentane, méthyl- et diméthylcyclohexane, alcane ramifié en C ₇ et C ₈
	> 8 à 10	> 128 à 175	<i>n</i> -nonane, 2-méthylnonane, 1,1,3-triméthylcyclohexane, 2,3-diméthylheptane, <i>n</i> -décane
Composés aromatiques	> 6 à 9	> 69 à 151	Composés BTEX individuels, styrène
	> 9 à 10	> 151 à 184	Allylbenzène, <i>i</i> - et <i>n</i> -propylbenzène, 2-, 3- et 4-éthyltoluène, 1,2- et 1,3-diéthylbenzène, 1,2,3-, 1,2,4- et 1,3,5-triméthylbenzène, isopropenylbenzène

4 Interférences

Les composés non associés aux contaminations par les hydrocarbures de pétrole et ayant un point d'ébullition compris entre C₅ et C₁₀ (par exemple, composés halogénés et éthers tels que MTBE et TAME) peuvent interférer avec les fractions aliphatiques.

5 Principe

Les échantillons pour essai sont prélevés sur un échantillon de sol humide et non traité. Pour empêcher toute perte des composés volatils, les échantillons sont prélevés en perturbant le moins possible le site, en utilisant un carottier ou en ajoutant du méthanol immédiatement sur le site (voir l'ISO 22155 pour plus d'informations).

L'échantillon pour essai est extrait avec du méthanol. Une aliquote de l'extrait de méthanol est transférée dans un flacon à espace de tête contenant une quantité définie d'eau et le flacon est fermé. La température du flacon est stabilisée dans un système thermostatique à une température comprise entre 50 °C et 80 °C pour atteindre des conditions d'équilibre spécifiées. L'analyse par chromatographie en phase gazeuse des composés volatils dans la phase gazeuse en équilibre avec l'eau contenue dans le flacon est effectuée en utilisant l'injection par la technique de l'espace de tête et une colonne capillaire appropriée. Les composés sont détectés avec un détecteur spectrométrique de masse (SM).

Le mode opératoire décrit dans l'ISO 22155 est suivi pour doser les différents composés aromatiques. Plusieurs fractions aromatiques sont ensuite dosées par la somme des différents composés aromatiques.

Compte tenu de la forme des pics du chromatogramme en phase gazeuse et du point d'ébullition des différents *n*-alcane entre C₅H₁₂ et C₁₀H₂₂ (temps de rétention standard), les sous-fractions des hydrocarbures aliphatiques volatils peuvent être définies et les aires de pics des sous-fractions peuvent être intégrées et donc utilisées pour la quantification.

Les aires de pics totales entre les étalons définissant la plage EC entre le *n*-pentane et le *n*-décane sont mesurées et la teneur en hydrocarbures aliphatiques volatils dans l'échantillon est quantifiée en fonction d'un mélange d'étalons externes contenant différents types de composés aliphatiques volatils qui sont typiques des hydrocarbures de pétrole.

6 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Vérifier que les réactifs sont applicables à cet objectif spécifique et qu'ils sont exempts de composés interférents.

6.1 Eau, exempte de composés organiques volatils

Eau, exempte de contaminants organiques. Elle doit présenter des interférences négligeables par rapport à la plus faible concentration à déterminer. Il convient qu'il y ait suffisamment d'eau du même lot pour effectuer chaque série d'analyses, y compris toutes les préparations.

L'eau peut être chauffée dans un ballon à fond rond pendant 30 min environ pour éliminer les résidus de composés volatils.

6.2 Méthanol (CAS-RN¹⁾ 67-56-1)

Solvant destiné à l'extraction d'échantillons de sol et à la préparation de solutions étalons.

6.3 Étalons internes

Pour le dosage des hydrocarbures aromatiques volatils par CPG-SM, deux étalons internes ou plus doivent être choisis. Ils ne doivent pas interférer avec les composés présents dans l'extrait de méthanol.

Exemples d'étalons internes appropriés:

- a) toluène-D8 (CAS-RN 2037-26-5);
- b) éthylbenzène-D10 (CAS-RN 25837-05-2);
- c) 1,3,5-triméthylbenzène D3 (CAS-RN 38574-14-0).

Exemple d'étalon interne deutéré approprié:

- $\alpha\alpha$ -trifluorotoluène (CAS-RN 98-08-8).

6.4 Solution étalon d'évaluation du temps de rétention

Il s'agit d'une solution étalon définissant la plage de fractions contenant du *n*-pentane, du *n*-hexane, du *n*-heptane, du *n*-octane, du *n*-nonane et du *n*-décane.

Préparer un mélange, en quantités égales en masse, de *n*-alcane ayant un nombre de carbones compris entre C₅ et C₁₀ dissous dans du méthanol (6.2), chacun des *n*-alcane étant présent à une concentration de 50 mg/l environ. Conserver à température ambiante.

NOTE Cette solution est utilisée pour donner des informations sur les temps de rétention des *n*-alcane afin de définir les fractions d'hydrocarbures volatils dans les échantillons.

6.5 Étalons d'hydrocarbures aromatiques volatils entre EC 6 et 10 pour l'étalonnage du système CPG-SM à espace de tête

Composé	CAS-RN
EC 6 à 9	
Benzène	71-43-2
Toluène	108-88-3

1) CAS-RN: Chemical Abstract System Registry Number (Numéro d'enregistrement du Chemicals Abstracts Service).

Éthylbenzène	100-41-4
o-Xylène	95-47-6
m-Xylène	108-38-3
p-Xylène	106-42-3
Styrène	100-42-5

EC 9 à 10

Allylbenzène	300-57-2
Isopropénylbenzène	98-83-9
2-Éthyltoluène	611-14-3
3-Éthyltoluène	620-14-4
4-Éthyltoluène	622-96-8
1,2,3-Triméthylbenzène	526-73-8
1,2,4-Triméthylbenzène	95-63-6
1,3,5-Triméthylbenzène	108-67-8
Isopropylbenzène	98-82-8
sec-Butylbenzène	135-98-8
1,2-Diéthylbenzène	135-01-3
1,3-Diéthylbenzène	141-93-5

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 16558-1:2015
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b0a04a-0e38-49a5-995a-539c30efe399/iso-16558-1-2015>

Les réponses du détecteur de ces composés sélectionnés sont mesurées par chromatographie en phase gazeuse à espace de tête avec un détecteur spectrométrique de masse (ionisation électronique avec scrutation d'ions sélectionnés des fragments massiques m/z 78 pour le benzène et m/z 91 pour le toluène, l'éthylbenzène et les xylènes, m/z 104 pour le styrène et m/z 91+105+117+118+119+120+134 pour le benzène di- et trialkylé), et utilisées pour la quantification.

6.6 Étalons d'hydrocarbures aliphatiques volatils entre EC 5 et 10 pour l'étalonnage du système CPG-SM à espace de tête

Composé aliphatique	CAS-RN
n-Pentane	109-66-0
n-Hexane	110-54-3
n-Heptane	142-82-5
n-Octane	111-65-9
n-Nonane	111-84-2
n-Décane	124-18-5
Cyclopentane	287-92-3