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

Partie 2:

**Détermination des fractions
aliphatiques et aromatiques des
hydrocarbures de pétrole semi-
volatiles par chromatographie en
phase gazeuse avec détection à
ionisation de la flamme (CPG-FID)**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d54441-07e0-4df5-81b8-1b1616161616>

Soil quality — Risk-based petroleum hydrocarbons —

Part 2: Determination of aliphatic and aromatic fractions of semi-volatile petroleum hydrocarbons using gas chromatography with flame ionization detection (GC/FID)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 16558-2:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d54441-07e0-4df5-81b8-1b703b1ff172/iso-ts-16558-2-2015)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d54441-07e0-4df5-81b8-1b703b1ff172/iso-ts-16558-2-2015>



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	2
5 Principe	2
6 Réactifs	3
7 Appareillage	4
8 Échantillonnage, conservation des échantillons et prétraitement	5
9 Mode opératoire	6
9.1 Dosage à blanc.....	6
9.2 Extraction.....	6
9.2.1 Hydrocarbures de pétrole totaux.....	6
9.2.2 Séparation en fractions aliphatiques et aromatiques.....	6
9.3 Dosage par chromatographie en phase gazeuse.....	7
9.3.1 Essai de la performance du système de chromatographie en phase gazeuse.....	7
9.3.2 Essai de répétabilité.....	7
9.3.3 Étalonnage.....	7
9.3.4 Vérification de la validité de la fonction d'étalonnage.....	7
9.3.5 Mesurage.....	8
9.3.6 Intégration.....	8
9.3.7 Calcul de la teneur en hydrocarbures de pétrole totaux.....	9
9.3.8 Calcul de la teneur des différentes fractions extractibles.....	9
9.4 Contrôle qualité.....	9
9.4.1 Vérification de l'aptitude à l'emploi de la méthode de séparation.....	9
10 Expression des résultats	10
11 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes en phase gazeuse pour des fractions aliphatiques et aromatiques d'hydrocarbures de pétrole extractibles totaux dans une solution étalon et dans des échantillons de sol	11
Annexe B (informative) Détermination du domaine d'ébullition des hydrocarbures d'huiles minérales à partir du chromatogramme en phase gazeuse	14
Annexe C (informative) Informations sur la séparation des fractions aliphatiques et aromatiques à l'aide de gel de silice	16
Bibliographie	21

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/sist/c0d5-4441-07e0-4d15-81b8-1b703b1ff172/iso-ts-16558-2-2015).

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]*

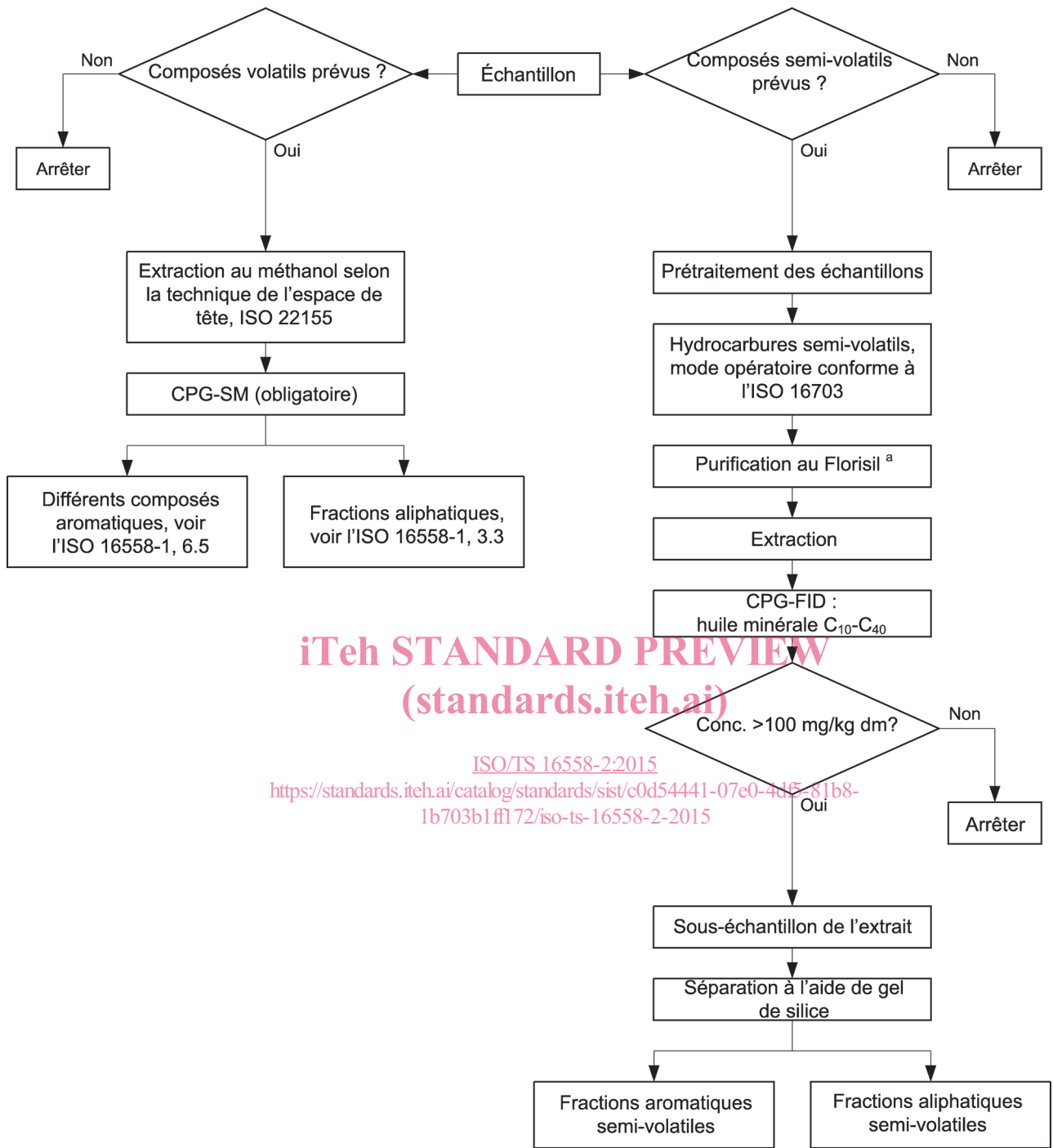
Introduction

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 dans la présente partie de l'ISO 16558 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 l'ISO 16558.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TS 16558-2:2015](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d54441-07e0-4df5-81b8-1b703b1ff172/iso-ts-16558-2-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TS 16558-2:2015
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d54441-07e0-4d55-81b8-1b703b1ff172/iso-ts-16558-2-2015>

Légende

- a Purification au Florisil®: Uniquement applicable en cas d'essai conforme à l'ISO 16703. Si les fractions aliphatiques et aromatiques doivent être analysées, la purification au Florisil ne doit pas être effectuée. 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 partie de l'ISO 16558 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 2:

Détermination des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole semi-volatiles par chromatographie en phase gazeuse avec détection à ionisation de la flamme (CPG-FID)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16558 spécifie une méthode de dosage quantitatif des fractions aliphatiques et aromatiques semi-volatiles extractibles totales des hydrocarbures de pétrole dans des échantillons humides par chromatographie en phase gazeuse.

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 à des teneurs en hydrocarbures de pétrole d'environ 100 mg/kg de sol, exprimés sous forme de matière sèche pour la fraction aliphatique C₁₀ à C₄₀ totale ainsi que pour la fraction aromatique C₁₀ à C₄₀. Pour les sous-fractions, des limites de dosage moins élevées peuvent être atteintes.

Si des limites de détection moins élevées sont requises, un plus grand volume d'injection peut être utilisé ou une concentration de l'extrait final peut être effectuée.

NOTE 1 De faibles concentrations en composés aliphatiques et aromatiques peuvent être présentes dans les sols naturels non contaminés riches en matière organique tels que la tourbe.

Grâce à cette méthode, tous les hydrocarbures ayant un domaine d'ébullition de 174 °C à 525 °C, les *n*-alcanes entre C₁₀H₂₂ et C₄₀H₈₂, les isoalcanes, les cycloalcanes, les alkylbenzènes, les alkylnaphtalènes et les composés aromatiques polycycliques sont dosés sous forme d'hydrocarbures de pétrole semi-volatils extractibles totaux C₁₀ à C₄₀; de plus, les fractions aliphatiques et aromatiques semi-volatiles sont spécifiées.

Pour le dosage des fractions aliphatiques et aromatiques volatiles des hydrocarbures de pétrole dans les échantillons de sol, voir l'ISO 16558-1.

NOTE 2 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 C₁₀H₂₂ et C₄₀H₈₂ peuvent être également 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 B, 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 10381-1, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour la conception des programmes d'échantillonnage*

ISO 11465, *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*

ISO 16703, *Qualité du sol — Dosage des hydrocarbures de C₁₀ à C₄₀ par chromatographie en phase gazeuse*

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

3 Termes et définitions

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

3.1 teneur totale en hydrocarbures de pétrole semi-volatils extractibles par chromatographie en phase gazeuse

ensemble des composés extractibles à l'acétone/au *n*-heptane (2 + 1) qui peuvent être détectés avec un détecteur à ionisation de flamme et chromatographiés sur une colonne capillaire non polaire avec des temps de rétention situés entre celui du *n*-décane (C₁₀H₂₂) et celui du *n*-tétracontane (C₄₀H₈₂)

Note 1 à l'article: Les substances répondant à cette définition sont principalement des hydrocarbures aromatiques substitués aliphatiques, alicycliques, polycycliques inférieurs ou alkylés à longue chaîne ou ramifiés.

3.2 fraction aliphatique semi-volatile d'hydrocarbures de pétrole

fraction des hydrocarbures de pétrole semi-volatils totaux qui sont élués avec du pentane, de l'hexane ou de l'heptane après absorption sur du gel de silice

Note 1 à l'article: Il s'agit d'une méthode définie dans la présente partie de l'ISO 16558. Il est impossible de prévoir si, avec d'autres solvants, les mêmes composés vont éluer du gel de silice.

3.3 fraction aromatique semi-volatile d'hydrocarbures de pétrole

fraction des hydrocarbures de pétrole semi-volatils totaux qui sont élués avec du dichlorométhane ou avec un mélange 1:1 de dichlorométhane et de *n*-heptane après absorption sur du gel de silice

Note 1 à l'article: Il s'agit d'une méthode définie dans la présente partie de l'ISO 16558. Il est impossible de prévoir si, avec d'autres solvants, les mêmes composés vont éluer du gel de silice.

4 Interférences

Les composés non associés aux contaminations par les hydrocarbures de pétrole ayant un point d'ébullition compris entre C₁₀ et C₄₀ (par exemple, les hydrocarbures halogénés) 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/de *n*-heptane. La phase organique est séparée et lavée deux fois à l'eau. Une aliquote de l'extrait est analysée par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire puis détection à ionisation de flamme. L'aire de pic totale entre les étalons *n*-décane

et *n*-tétracontane définissant la plage est mesurée sous forme de quantité de pétrole semi-volatil extractible total. À l'aide d'une colonne contenant du gel de silice, l'extrait est séparé en deux fractions contenant respectivement les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques. Les fractions sont également analysées par chromatographie en phase gazeuse.

Au lieu du *n*-heptane, un autre solvant hydrocarboné ou un autre mélange technique d'hydrocarbures ayant un domaine d'ébullition compris entre 36 °C et 99 °C peut être utilisé.

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 Acétone, (CH₃)₂CO (CAS-RN¹) 67-64-1).

6.2 *n*-Heptane, C₇H₁₆ (CAS-RN 142-82-5).

Au lieu du *n*-heptane, un autre solvant hydrocarboné ou un autre mélange technique d'hydrocarbures ayant un domaine d'ébullition compris entre 36 °C et 99 °C peut être utilisé.

6.3 Dichlorométhane, CH₂Cl₂ (CAS-RN 75-09-2).

6.4 Gel de silice, de granulométrie comprise entre 63 µm et 200 µm (70 mesh à 230 mesh), chauffé pendant au moins 16 h à 140 °C et conservé dans un dessiccateur sur un tamis moléculaire.

6.5 Sulfate de sodium anhydre (Na₂SO₄), chauffé pendant au moins 2 h à 550 °C.

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

Peser (30 ± 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) et être conservée 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

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 teneur en hydrocarbures d'environ 8 g/l.

Les solutions d'étalonnage peuvent être préparées par dilution d'une aliquote de cette solution étalon (6.7) avec la solution étalon interne (6.6).

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

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

une bosse sur le chromatogramme comme le montre la [Figure A.1](#) (partie droite du chromatogramme). Un type d'huile approprié est par exemple une huile lubrifiante sans additif.

NOTE Des étalons d'hydrocarbures d'usage général pour l'étalonnage sont disponibles auprès de nombreux fournisseurs. Des étalons spécifiques à la présente partie de ISO 16558 peuvent être achetés auprès de Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Fachgruppe I.2, Richard-Willstätter-Strasse 11 D-12489 Berlin, Allemagne, ou auprès de VSL BV, Thijsseweg 11, 2600 Delft, Pays-Bas (référence RIVM-NMi-001). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 16558 et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

6.8 Solution de contrôle

Préparer une solution de contrôle séparée conformément au paragraphe [6.7](#) en utilisant une concentration d'hydrocarbures s'élevant à environ la moitié de la plage de travail de la solution étalon de mesure de la performance du système.

6.9 Solution étalon d'évaluation du temps de rétention

Préparer un mélange, en quantités égales en masse, de *n*-alcanes ayant un nombre de carbones compris entre C₁₀ et C₄₀ dissous dans du *n*-heptane ([6.2](#)), chacun des *n*-alcanes étant présent à une concentration de 50 mg/l environ. Conserver à température ambiante.

NOTE 1 Cette solution sert également 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.

6.10 Préparation de la colonne de gel de silice

Introduire un bouchon en laine de verre prélavée ou un fritté en PTFE dans la colonne ([7.10](#)). Ajouter successivement 3 g de gel de silice ([6.4](#)) et 2 g de sulfate de sodium ([6.5](#)). Préparer la colonne immédiatement avant utilisation.

NOTE Les cartouches disponibles dans le commerce sont également utilisables.

6.11 Efficacité de la colonne de gel de silice sur la solution de contrôle

6.11.1 Séparation des fractions aliphatiques de la solution de contrôle

Préparer un mélange, en quantités égales en masse, de *n*-alcanes ayant un nombre de carbones compris entre C₁₀ et C₄₀ dissous dans du *n*-heptane ([6.2](#)), chacun des *n*-alcanes étant présent à une concentration de 50 mg/l environ. Conserver à température ambiante.

6.11.2 Séparation des fractions aromatiques de la solution de contrôle

Préparer un mélange, en quantités égales en masse, d'hydrocarbures aromatiques polycycliques contenant 16 HAP selon l'EPA dans du *n*-heptane ([6.2](#)), pour obtenir des concentrations massiques de chaque composé de 50 mg/l environ. Conserver à température ambiante.

7 Appareillage

7.1 Verrerie courante de laboratoire, qui doit être chauffée pendant 2 h dans un four entre 200 °C et 300 °C et, une fois refroidie, rincée avec de l'acétone ([6.1](#)) et séchée avant utilisation.

Le mode opératoire de nettoyage de la verrerie peut être remplacé par une autre méthode s'il est démontré (par exemple, à l'aide de blancs) que la verrerie ne contribue pas positivement à la concentration des composés concernés dans la présente partie de l'ISO 16558.

7.2 Dispositifs d'extraction

Agitateur mécanique effectuant au moins 120 mouvements d'agitation horizontaux par minute. Un bain à ultrasons peut aussi 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 l'une des phases stationnaires et des dimensions suivantes:

- phase stationnaire: non polaire, par exemple polydiméthylsiloxane immobilisée à 100 %, polydiméthyl (95 %)-diphényl (5 %) siloxane, polymère de siloxane modifié;
- 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 (6.7).

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 vissé muni d'un joint dont la face interne est en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

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

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

7.10 Colonne de chromatographie pour division en fractions aliphatiques et aromatiques, en verre, d'un diamètre interne de 10 mm environ.

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.

Voir l'ISO 18512 pour connaître les durées de conservation des échantillons.