

NORME ISO
INTERNATIONALE 16000-33

Première édition
2017-08

Air intérieur —

**Partie 33:
Détermination des phtalates par
chromatographie en phase gazeuse/
spectrométrie de masse (CPG/SM)**

iTeh **STANDARD PREVIEW**

*Indoor air —
Part 33: Determination of phthalates with gas chromatography/mass
spectrometry (GC/MS)*
(standards.iteh.ai)

[ISO 16000-33:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5e9e12-9dab-42ab-8566-b939612f7697/iso-16000-33-2017)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5e9e12-9dab-42ab-8566-
b939612f7697/iso-16000-33-2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5e9e12-9dab-42ab-8566-b939612f7697/iso-16000-33-2017)



Numéro de référence
ISO 16000-33:2017(F)

© ISO 2017

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16000-33:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5e9e12-9dab-42ab-8566-b939612f7697/iso-16000-33-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5e9e12-9dab-42ab-8566-b939612f7697/iso-16000-33-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Méthodes de prélèvement et appareillage d'analyse	2
4.1 Généralités.....	2
4.2 Prélèvement par adsorption suivie d'une désorption thermique.....	2
4.2.1 Appareillage, matériaux et produits chimiques.....	2
4.2.2 Préparation du tube de désorption thermique.....	3
4.2.3 Prélèvement.....	3
4.3 Prélèvement par adsorption suivie d'une extraction au solvant.....	4
4.3.1 Appareillage, matériels et produits chimiques.....	4
4.3.2 Préparation du Florisil® ²⁾ et des tubes d'adsorption.....	5
4.3.3 Recommandations concernant l'utilisation de Florisil® ²⁾	6
4.3.4 Prélèvement.....	6
4.3.5 Conditionnement des échantillons.....	7
5 Étalonnage	7
5.1 Généralités.....	7
5.2 Étalonnage de la méthode de désorption thermique.....	8
5.3 Étalonnage de la méthode d'extraction au solvant.....	8
6 Identification et quantification	8
6.1 Analyse par spectrométrie de masse.....	8
7 Établissement des courbes d'étalonnage et calcul de la masse d'analyte	14
7.1 Établissement des courbes d'étalonnage.....	14
7.2 Calcul de la masse d'analyte.....	14
8 Calcul des concentrations dans l'air intérieur	16
9 Performance de la méthode	16
9.1 Limite de détection.....	16
9.2 Limite de quantification et problèmes liés aux valeurs de blanc.....	16
9.3 Écart-type de reproductibilité et écart-type de répétabilité.....	17
10 Assurance de la qualité	19
10.1 Vérification de la méthode et détermination des blancs.....	19
10.1.1 Valeur de blanc de terrain de l'air intérieur.....	19
10.1.2 Valeur de blanc de laboratoire d'analyse.....	19
10.2 Mesures permettant de réduire les valeurs de blanc.....	19
10.3 Documents.....	20
11 Interférences	20
Annexe A (informative) Informations générales sur les phtalates	21
Annexe B (informative) Recherche des phtalates lors de prélèvements de surface	25
Annexe C (informative) Recherche des phtalates dans les poussières domestiques	28
Annexe D (informative) Exemple pratique pour l'étalonnage de la méthode de désorption thermique	32
Annexe E (informative) Exemple pratique pour l'étalonnage de la méthode d'extraction au solvant en utilisant du Florisil®²⁾	34
Annexe F (informative) Exemple pratique pour la chromatographie en phase gazeuse avec désorption thermique	36

Annexe G (informative) Exemple pratique pour la chromatographie en phase gazeuse couplée à une extraction au solvant	37
Annexe H (informative) Problèmes liés aux valeurs de blanc	38
Annexe I (informative) Exemple de protocole d'échantillonnage	39
Bibliographie	40

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16000-33:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5e9e12-9dab-42ab-8566-b939612f7697/iso-16000-33-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5e9e12-9dab-42ab-8566-b939612f7697/iso-16000-33-2017>

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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 6, *Air intérieur*.

Une liste de toutes les parties de la série de normes ISO 16000 peut être consultée sur le site de l'ISO.

Introduction

Les différentes parties de l'ISO 16000 décrivent les exigences générales s'appliquant au mesurage des polluants de l'air intérieur et les conditions importantes à observer avant et pendant le prélèvement de polluants individuels ou de groupes de polluants, ainsi que les modes opératoires de mesurage proprement dits (voir l'Avant-propos).

La définition de l'environnement intérieur est donnée par l'ISO 16000-1. Les logements [salles de séjour, chambres à coucher, ateliers de bricolage, salles de sport, caves, cuisines et salles de bain], les salles ou lieux de travail dans les bâtiments qui ne sont pas soumis à des inspections d'hygiène et de sécurité concernant les polluants de l'air intérieur (par exemple bureaux, locaux de vente), les bâtiments publics (par exemple restaurants, théâtres, cinémas et autres salles de réunion) et les habitacles des véhicules à moteur et des transports en commun comptent parmi les types d'ambiance intérieure les plus importants.

Les phtalates, les diesters de l'acide ortho-phtalique (acide 1,2-benzène dicarbonique), sont émis dans l'air intérieur principalement par des articles d'usage quotidien constitués de chlorure de polyvinyle (PVC) souple. Les phtalates sont habituellement utilisés comme plastifiants dans le PVC souple. Les cinq phtalates les plus fréquemment utilisés sont le phtalate de diisodécyle (DiDP), le phtalate de diisononyl (DiNP), le phtalate de di(2-éthylhexyle) (DEHP), le phtalate de di-*n*-butyle (DBP) et le phtalate de benzyl-*n*-butyle (BBP). Un aperçu des phtalates les plus importants, de leurs acronymes et de plusieurs propriétés pertinentes de ces substances est donné dans le [Tableau A.1](#). Ces phtalates peuvent être déterminés dans les ambiances intérieures par des méthodes d'analyse intégrant la chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse spécifiée dans le présent document.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16000-33:2017](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5e9e12-9dab-42ab-8566-b939612f7697/iso-16000-33-2017>

Air intérieur —

Partie 33:

Détermination des phtalates par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CPG/SM)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie le prélèvement et l'analyse des phtalates dans l'air intérieur et décrit le prélèvement et l'analyse des phtalates dans des échantillons de poussières domestiques et des prélèvements de surface (frottis) par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse.

Deux méthodes possibles de prélèvement et de traitement, dont la comparabilité a été démontrée au cours d'un essai interlaboratoires, sont spécifiées pour l'air intérieur^[4]. Le prélèvement peut être réalisé à l'aide de tubes à sorbant suivi d'une désorption thermique et d'une analyse par CPG/SM. En variante, le prélèvement peut être réalisé sur d'autres types de tubes à sorbant qui sont ensuite analysés par extraction au solvant avec analyse par CPG/SM.

Selon la méthode de prélèvement, les composés phtalate de diméthyle à phtalate de diisoundécyle peuvent être analysés dans les poussières domestiques, comme décrit dans l'[Annexe C](#)^[8]. L'étude d'échantillons de poussières domestiques est appropriée uniquement comme méthode de diagnostic rapide. Cette étude donne seulement des valeurs indicatives et n'est pas acceptable pour une évaluation finale de la nécessité éventuelle d'une action.

Les composés phtalate de diméthyle à phtalate de diisoundécyle peuvent être analysés dans des frottis comme décrit dans l'[Annexe B](#). Les frottis conviennent pour l'identification non quantitative des sources.

NOTE En principe, la méthode convient également pour l'analyse d'autres phtalates, adipates et esters d'acide cyclohexane dicarboxylique, mais cela est confirmé dans chaque cas par la détermination des performances analytiques.

Des informations générales sur les phtalates sont données dans l'[Annexe A](#).

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 16000-6:2011, *Air intérieur — Partie 6: Dosage des composés organiques volatils dans l'air intérieur des locaux et chambres d'essai par échantillonnage actif sur le sorbant Tenax TA, désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse utilisant MS ou MS-FID*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Méthodes de prélèvement et appareillage d'analyse

4.1 Généralités

Le prélèvement de l'air intérieur est réalisé par adsorption dans un tube de désorption thermique rempli de laine de quartz ou de Tenax® TA¹⁾ sur des adsorbants tels que le Florisil®²⁾ suivie d'une extraction au solvant^{[4][5]}. Il convient de limiter la quantité de solvant utilisée pour les modes opératoires d'extraction afin de réduire au minimum les valeurs de blanc. Il convient que l'ensemble de l'appareillage et des réactifs utilisés soit propre, c'est-à-dire sans quantités détectables des composés étudiés.

Les expériences réalisées lors de l'essai interlaboratoires ont montré que des écarts significatifs des valeurs de blanc peuvent également être introduits par le solvant. Chaque nouveau flacon de solvant doit donc être soumis à essai avant utilisation afin de déceler toute contamination par les phtalates^[4].

NOTE Les expériences réalisées lors de l'essai interlaboratoires ont montré qu'un rinçage avec un solvant propre (aucun phtalate détectable) suffit pour éliminer la contamination de l'appareillage et qu'une stérilisation par la chaleur suivie d'une désactivation de la verrerie chauffée n'est pas obligatoire.

La distribution ubiquiste des phtalates doit être prise en compte pendant le prélèvement de l'air intérieur pour éviter la contamination de l'échantillon. Les mesures à envisager pour réduire au minimum les valeurs de blanc ainsi que les avantages et les inconvénients de chaque méthode sont décrits de manière détaillée dans les articles correspondants. D'autres indications concernant l'assurance qualité et les problèmes liés aux valeurs de blanc qui doivent être prises en compte sont indiquées à l'[Article 10](#).

4.2 Prélèvement par adsorption suivie d'une désorption thermique

Utiliser l'appareillage, les réactifs et les matériaux décrits dans l'ISO 16000-6 (y compris l'annexe informative concernant les composés semi-volatils) avec les exigences spécifiques supplémentaires suivantes:

4.2.1 Appareillage, matériaux et produits chimiques

4.2.1.1 Tube de désorption thermique, tube en acier inoxydable, en acier revêtu d'un matériau inerte, ou en verre contenant une couche peu compacte de 1 cm de laine de quartz non friable additionnée d'au moins 200 mg d'adsorbant, par exemple Tenax® TA¹⁾ 20/35 (voir l'ISO 16000-6:2011, Annexe D).

4.2.1.2 Système de prélèvement, selon la [Figure 1](#).

4.2.1.3 Pompe, adaptée à un débit-volume compris entre 50 ml/min et 200 ml/min dans les conditions de prélèvement; volume de prélèvement recommandé d'environ 20 l à environ 70 l.

4.2.1.4 Compteur volumétrique de gaz, dont l'incertitude de mesure maximale ne doit pas dépasser 5 %.

4.2.1.5 Installations de prélèvement en laboratoire, hygromètre, thermomètre, baromètre.

1) Tenax® TA est l'appellation commerciale d'un produit fourni par Buchem. Cette information est donnée, par souci de commodité, 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il peut être démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

2) Florisil® est l'appellation commerciale d'un produit fourni par U.S. Silica. Cette information est donnée, par souci de commodité, 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il peut être démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

4.2.1.6 Étalons internes, requis comme mesure de contrôle de la qualité de l'ensemble du processus d'analyse, y compris le prélèvement; les exemples appropriés comprennent: les composés cycliques deutérés D4-DMP, D4-DEP, D4-DBP, D4-BBP, D4-DEHP, D4-DOP ainsi que le phtalate de diallyle non deutéré (DAIP), voir [Article 5](#) et [Tableau 3](#). Les étalons doivent être préparés dans du méthanol exempt de phtalate, comme décrit dans l'ISO 16000-6, à un niveau tel qu'une injection de 1 µl maximum introduise environ la même masse d'analyte sur l'extrémité de prélèvement des tubes que celle qui est prévue d'être collectée pendant le prélèvement.

4.2.1.7 Unité de désorption thermique, couplée à CPG-SM pour la désorption thermique en deux étapes des tubes à sorbant et le transfert des vapeurs désorbées via un flux de gaz inerte dans un système de chromatographie en phase gazeuse (CPG), équipé d'un détecteur à spectrométrie de masse (SM).

NOTE De la laine de verre désactivée (silanisée) ou de la laine de quartz peut également être utilisée comme adsorbant après une validation appropriée de la méthode.

4.2.2 Préparation du tube de désorption thermique

L'utilisation d'un tube contenant une couche de laine de quartz additionnée de Tenax® TA¹⁾ suppose de connaître la norme ISO 16000-6. Des tubes à sorbant préremplis et préconditionnés sont disponibles dans le commerce ou peuvent être préparés au laboratoire comme suit:

Une couche de laine de quartz non friable, généralement supportée par une grille en acier inoxydable, est insérée au niveau de l'extrémité de prélèvement du tube. La masse de sorbant requise est versée dans le tube après la couche de laine de quartz. L'extrémité la plus éloignée de la couche de sorbant est généralement supportée par une deuxième couche de laine de quartz ou une grille en acier inoxydable.

Au moins 200 mg de sorbant doivent être utilisés par tube afin de garantir la capacité de sorption.

NOTE La détermination du volume de claquage est décrite dans l'ISO 16017-1:2000, Annexe B. Les volumes de claquage sont proportionnels aux dimensions et masses des sorbants. La règle empirique est que le volume d'échantillon garanti double lorsque la longueur de la couche de sorbant est doublée (en conservant le même diamètre de tube).

Après le remplissage des tubes de désorption thermique (par exemple avec du Tenax® TA¹⁾), les tubes sont conditionnés pendant environ 8 h à 280 °C, puis pendant environ 30 min à 300 °C dans un flux de gaz inerte (100 ml/min). Les tubes de sorption purifiés sont fermés et conservés à température ambiante et à l'abri de la lumière dans un récipient empêchant la contamination des échantillons.

Analyser un nombre représentatif de tubes conditionnés pour déterminer une valeur à blanc à l'aide de paramètres analytiques de routine, pour s'assurer que la valeur de blanc de désorption thermique retenue est suffisamment faible (voir l'ISO 16000-6:2011, 7.1).

Il convient d'effectuer le prélèvement dès que possible après le conditionnement. Si le prélèvement ne peut pas être réalisé dans un délai d'environ 14 jours après le conditionnement, le tube doit alors être reconditionné pendant 15 min à environ 300 °C avant le prélèvement. Pour éviter toute contamination, il convient de manipuler les tubes de désorption thermique uniquement avec des gants en coton. De plus, l'étiquetage doit être omis.

Il convient que le système de thermodésorption ne permette aucun contact du flux d'échantillon avec les surfaces externes des tubes. Si le système d'analyse choisi ne garantit pas cela, les tubes doivent être manipulés uniquement avec des gants en coton propres, sur le terrain et au laboratoire, pour réduire autant que possible la contamination.

Il convient d'identifier les tubes de manière individuelle et indélébile, mais sans apposer d'étiquette adhésive susceptible de se défaire ou de se décolorer pendant la désorption thermique.

4.2.3 Prélèvement

Avant le prélèvement, les tubes conditionnés sont dopés avec au maximum 1 µl de solution d'étalon interne dans du méthanol (par exemple 20 ng/µl pour un volume de prélèvement de 50 l; la masse

absolue d'étalon dopé ajouté dépend du volume de prélèvement et du domaine de mesure de la méthode). La solution d'étalon est généralement introduite au niveau de l'extrémité de prélèvement du tube à sorbant.

L'équipement de prélèvement est assemblé conformément à la [Figure 1](#) et doit être exempt de fuites. La pompe est raccordée à l'extrémité du tube ne servant pas au prélèvement, au moyen de raccords en polyéthylène ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE), et mise en marche. Si le volume de claquage des phtalates analysés est inconnu, deux tubes de sorption doivent alors être raccordés en série. Les tubes doivent être raccordés à l'aide d'un manchon exempt de phtalate.

Le débit-volume ainsi que la température, la pression atmosphérique absolue et l'humidité relative de l'air doivent être enregistrés. Les débits-volumes de prélèvement appropriés sont compris entre 50 ml/min et 200 ml/min. Cela correspond à un volume de prélèvement recommandé d'environ 20 l à 70 l pour une durée de prélèvement d'environ 2 h à 24 h. Après le prélèvement, le tube de sorption est retiré de l'équipement de prélèvement; les deux extrémités du tube de sorption doivent être obturées.

Un double prélèvement de l'air intérieur est recommandé.

Les tubes échantillonnés doivent être transportés au laboratoire et analysés dès que possible.

4.3 Prélèvement par adsorption suivie d'une extraction au solvant

4.3.1 Appareillage, matériels et produits chimiques

4.3.1.1 **Système de prélèvement**, selon la [Figure 1](#).

4.3.1.2 **Pompe**, appropriée pour un débit-volume d'environ 2 l/min dans les conditions du prélèvement; volume de prélèvement recommandé d'environ 1 m³ à 3 m³ en 8 h à 24 h.

4.3.1.3 **Compteur volumétrique de gaz**, dont l'incertitude de mesure maximale ne doit pas dépasser 5 %.

4.3.1.4 **Four à moufle**.

4.3.1.5 **Capsule d'évaporation plate, résistant à la chaleur**, pour chauffer le Florisil®²).

4.3.1.6 **Florisil®²**, 60 à 100 mesh.

4.3.1.7 **Laine de verre**, silanisée.

4.3.1.8 **Flacon en verre**, muni d'un bouchon vissé et d'un joint en polytétrafluoroéthylène (PTFE), 50 ml.

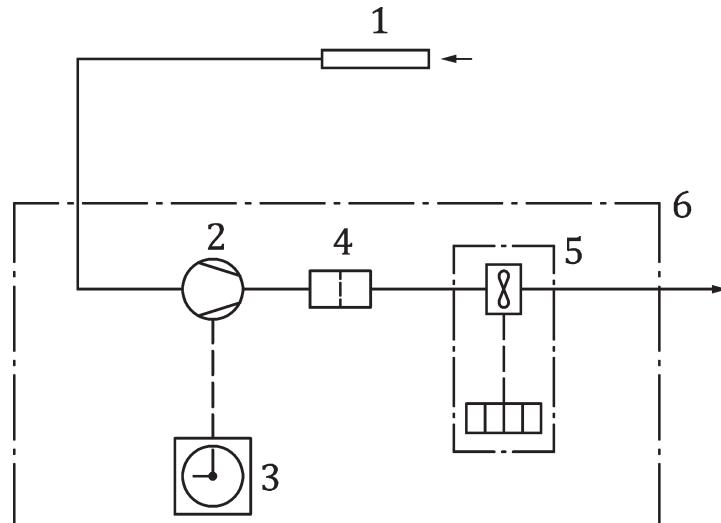
4.3.1.9 **Tubes d'adsorption**, tube en verre, d'environ 200 mm de longueur et 10 mm à 12 mm de diamètre intérieur.

4.3.1.10 **Installations de prélèvement en laboratoire**, hygromètre, thermomètre, baromètre.

4.3.1.11 **Solvant**, par exemple éther méthyl tert-butylque (TBME) ou toluène, sans valeurs de blanc (le solvant doit être soumis à essai pour déterminer l'absence de valeurs de blanc de phtalates).

4.3.1.12 **Étalons internes**, Les étalons appropriés sont, par exemple, les composés cycliques deutérés D4-DMP, D4-DEP, D4-DBP, D4-BBP, D4-DEHP, D4-DOP ainsi que le phtalate de diallyle non deutéré (DAIP); voir [Article 5](#) et [Tableau 3](#).

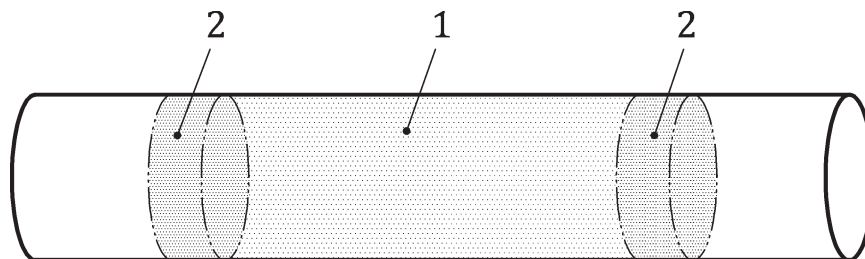
4.3.1.13 CPG-SM, système de chromatographie en phase gazeuse (CPG), équipé d'un détecteur à spectrométrie de masse (SM).



Légende

- 1 tube de prélèvement
- 2 pompe à vide à membrane
- 3 interrupteur à minuterie (facultatif)
- 4 filtre anti-abrasion
- 5 dispositif de mesure du volume ou régulateur de débit massique
- 6 boîtier de protection

ISO 16000-33:2017
Figure 1 — Représentation schématique de l'équipement de prélèvement



Légende

- 1 Florisil®²⁾
- 2 laine de verre

Figure 2 — Remplissage du tube en verre

4.3.2 Préparation du Florisil®²⁾ et des tubes d'adsorption

Le Florisil®²⁾ est étalé en une couche mince (d'environ 3 cm à 4 cm) sur une capsule d'évaporation et chauffé à 800 °C pendant 6 h. Après refroidissement dans le dessiccateur, il est désactivé à l'aide d'eau bi-distillée (proportion de 3 % en masse). À cet effet, 5 g de Florisil®²⁾ et 150 µl d'eau sont introduits dans un flacon en verre de 50 ml muni d'un bouchon vissé et d'un joint en polytétrafluoroéthylène (PTFE). Après avoir fermé le flacon, le Florisil®²⁾ doit être mélangé pendant environ 45 min jusqu'à l'obtention d'une poudre s'écoulant uniformément. Le Florisil®²⁾ désactivé est ensuite introduit dans un tube d'adsorption (voir [Figure 2](#)). Il convient que la hauteur de remplissage soit d'environ 10 cm à

13 cm. Les extrémités de la couche de Florisil®²⁾ sont obturées à l'aide de laine de verre silanisée. Les tubes remplis sont conservés dans le dessiccateur sur du gel de silice jusqu'au prélèvement de l'air.

NOTE La géométrie du tube est basée sur la méthode DFG³⁾[15].

4.3.3 Recommandations concernant l'utilisation de Florisil®²⁾

Chaque charge de Florisil®²⁾ récemment chauffée et désactivée conformément à 4.3.2 doit être examinée afin de déterminer les valeurs de blanc. Les charges pour lesquelles des valeurs de blanc de phtalates élevées sont encore mesurées après un tel traitement doivent être à nouveau chauffées et désactivées.

Tant que les tubes préparés sont conservés dans le dessiccateur, ils peuvent être conservés et utilisés dans un délai de six mois. Au terme de cette période, les tubes non utilisés doivent être vidés et le Florisil®²⁾ doit être à nouveau traité conformément à 4.3.2.

D'autres adsorbants tels que Chromosorb 106 ou des matériaux porteurs comparables peuvent être utilisés comme agents d'adsorption. La préparation de l'adsorbant et le prélèvement doivent alors être modifiés en conséquence, et l'aptitude à l'emploi doit être démontrée par une détermination des caractéristiques de performance.

4.3.4 Prélèvement

Un volume défini (par exemple 10 µl) de la solution d'étalon interne (par exemple 100 mg/l, qui correspond à une masse absolue d'étalon interne de 1 µg) doit être ajouté avant le prélèvement. La préparation des solutions des étalons internes est décrite dans l'Annexe D (pour la méthode de désorption thermique) et dans l'Annexe E (pour la méthode d'extraction au solvant en utilisant du Florisil®²⁾).

L'étalon interne est ajouté (typiquement) au moyen d'une microseringue. La solution étalon est généralement placée sur l'adsorbant du côté orienté vers le flux. La quantité à ajouter pour le domaine de mesure prévu de 0,05 µg/m³ à 10 µg/m³ est indiquée dans le Tableau 1. Les composés énumérés à l'Article 5 sont appropriés comme étalons internes.

Tableau 1 — Domaine de mesure pour la détermination des phtalates à des teneurs comprises entre 0,05 µg/m³ et 10 µg/m³ dans un échantillon d'air

Concentration de la solution de prélèvement réduite mg/l	Correspond à une concentration dans l'air µg/m ³
0,05	0,05
0,1	0,1
0,5	0,5
1,0	1,0
2,5	2,5
5,0	5,0
10,0	10,0

Les données concernant les concentrations calculées dans l'air sont expérimentales. Les limites réelles de détection et de quantification de la méthode doivent être déterminées par le laboratoire en charge de la détermination sur la base de l'étalonnage en tenant compte de la valeur de blanc.

NOTE Les données fournies au Tableau 1 sont valables pour un volume d'air de 1 m³ et un traitement de l'échantillon tel que décrit en 4.3.5.

L'équipement de prélèvement est assemblé conformément à la Figure 1 et un essai d'étanchéité est effectué. Le débit-volume ainsi que la température, la pression atmosphérique absolue et l'humidité

3) DFG = Deutsche Forschungsgemeinschaft, le Fondation de recherche allemande.

relative de l'air doivent être enregistrés. Le prélèvement est réalisé à l'aide d'une pompe et le volume de prélèvement est compris entre 1 m³ et 3 m³. Pour un débit-volume de 2 l/min à 3 l/min, la durée de prélèvement doit être approximativement de 8 h à 24 h selon la stratégie d'échantillonnage.

Les tubes chargés doivent être transportés rapidement au laboratoire et le traitement des tubes doit être effectué dès que possible après le prélèvement.

4.3.5 Conditionnement des échantillons

Le Florisil®²⁾ et la laine de verre contenus dans le tube d'adsorption sont entièrement transférés dans un flacon en verre de 50 ml muni d'un bouchon vissé et mélangés à 25 ml de solvant. Le flacon est fermé par un bouchon vissé muni d'un joint revêtu de polytétrafluoroéthylène (PTFE), secoué suffisamment pour obtenir un mouillage complet et placé pendant 15 min dans le bain à ultrasons.

Le TBME et le toluène se sont avérés être des solvants satisfaisants. Il est possible d'utiliser un autre solvant faiblement polaire. Les solvants non polaires (hexane, par exemple) ne conviennent pas. Toutefois, il faut s'assurer que le même solvant est utilisé pour l'étalonnage et la détermination par chromatographie en phase gazeuse de la solution de prélèvement.

5 ml du surnageant sont ensuite extraits à l'aide d'un compte-gouttes et réduits à 0,2 ml. L'évaporation à sec entraîne une perte de substance considérable, notamment des phtalates volatils. 100 µl de cet extrait concentré sont transférés dans des flacons pour échantillonneur automatique et utilisés pour l'analyse par CPG/SM (Article 6). En appliquant les spécifications du 4.3.4, la concentration de l'étalon interne dans l'extrait concentré s'élève à 1 mg/l.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

5 Étalonnage

5.1 Généralités

Les phtalates présents dans les ambiances intérieures ont tendance à subir une séparation gaz-particules qui est principalement caractérisée par la pression de vapeur du composé individuel. Les phtalates présentant des pressions de vapeur élevées se trouveront plus probablement dans la phase gazeuse alors que les phtalates ayant de faibles pressions ont tendance à se condenser et se trouvent essentiellement dans la phase particulaire. Par conséquent, certains phtalates tels que DPhP, DiNP, DiDP et DiUP ne sont normalement pas présents à des concentrations détectables dans l'air intérieur. Ces composés seront observés dans les frottis et dans les échantillons de poussières domestiques. Les méthodes de dépistage des phtalates dans les frottis et les poussières domestiques sont décrites respectivement dans l'Annexe B et l'Annexe C. Le Tableau 2 donne un aperçu de la gamme de phtalates et de leur présence dans des échantillons d'air ou dans des échantillons de poussières domestiques et des frottis.

Tableau 2 — Phtalates identifiables dans les différents milieux

Composé	Échantillon d'air	Poussières domestiques	Frottis
DMP	x	x	X
DEP	x	x	X
DPP	x	x	X
DiBP	x	x	X
DBP	x	x	X
BBP	x	x	X
DCHP	x	x	X
DEHP	x	x	X
DOP	x	x	X
DPhP	x	x	X