

---

---

**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  
<https://standards.iteh.ai/en/standards/sist/ddd02c74-81e9-425d-a5be-0fb538e4bc7a/iso-15009-2016>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 15009:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ddd02c74-81e9-425d-a5be-0fb538e4bc7a/iso-15009-2016>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2016, 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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1 Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3 Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>4 Réactifs</b> .....	<b>2</b>
4.1 Eau, exempte d'hydrocarbures aromatiques volatils et d'hydrocarbures halogénés volatils.....	2
4.2 Étalons internes.....	3
4.3 Composés étalons.....	3
4.3.1 Hydrocarbures aromatiques volatils.....	3
4.3.2 Hydrocarbures halogénés volatils.....	4
4.4 Méthanol.....	4
4.5 Agent d'adsorption.....	4
4.6 Eau de refroidissement, pour la purge et le piégeage.....	5
4.7 Gaz inerte, pour le chromatographe en phase gazeuse.....	5
4.8 Azote ou hélium, utilisé comme gaz inerte pour le dispositif de purge.....	5
4.9 Solutions étalons.....	5
4.9.1 Solutions étalons mères, pour composés aromatiques et halogénés volatils dans du méthanol, 4 g/l.....	5
4.9.2 Solutions étalons internes dans du méthanol, 4 g/l.....	5
4.9.3 Solutions d'étalonnage.....	5
4.10 Méthanol contenant des étalons internes.....	6
<b>5 Appareillage</b> .....	<b>6</b>
<b>6 Échantillonnage, conservation et traitement préliminaire des échantillons</b> .....	<b>8</b>
6.1 Généralités.....	8
6.2 Échantillonnage par la méthode de flacons préremplis de méthanol.....	8
6.3 Échantillonnage par la méthode du tube de carottage.....	8
<b>7 Mode opératoire</b> .....	<b>9</b>
7.1 Détermination à blanc.....	9
7.2 Extraction.....	9
7.3 Purge et piégeage.....	9
7.4 Analyse par chromatographie en phase gazeuse.....	10
7.4.1 Conditions d'analyse par chromatographie en phase gazeuse.....	10
7.4.2 Étalonnage.....	11
7.4.3 Mesurage.....	12
<b>8 Calcul</b> .....	<b>12</b>
8.1 Calcul de la concentration d'un composé volatil dans un échantillon d'eau.....	12
8.2 Calcul de la concentration d'un composé volatil dans l'échantillon de sol.....	13
<b>9 Expression des résultats</b> .....	<b>13</b>
<b>10 Fidélité</b> .....	<b>14</b>
<b>11 Rapport d'essai</b> .....	<b>14</b>
<b>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</b> .....	<b>15</b>
<b>Annexe B (normative) Vérification des étalons internes</b> .....	<b>17</b>
<b>Annexe C (informative) Validation</b> .....	<b>18</b>
<b>Annexe D (informative) Informations sur les instruments de purge et de piégeage</b> .....	<b>21</b>

## 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](http://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](http://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/ddd02c74-81e9-425d-a5bc-0fb538e4bc7a/iso-15009-2016)

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*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 15009:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique.

# 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 aromatiques 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 quantitative 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 détermination quantitative suivantes (exprimées par rapport à la matière sèche) s'appliquent:

Limite de détermination quantitative type lorsque le couplage CG-FID est utilisé:

— Hydrocarbures aromatiques volatils: 0,1 mg/kg

Limite de détermination quantitative type lorsque le couplage CG-ECD est utilisé:

— Hydrocarbures halogénés volatils: 0,01 mg/kg

Des limites de détermination quantitative 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 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 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, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

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

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

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

### 3 Principe

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

L'échantillon pour essai est extrait à l'aide de méthanol. Après centrifugation, si nécessaire, 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 cryogénique. 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 des 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** 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 5.2.1 à 5.2.9.

### 4 Réactifs

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

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

On utilise généralement de l'eau ayant été 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 Étalons internes

**4.2.1** Pour la détermination des hydrocarbures aromatiques volatils, sélectionner de préférence deux étalons internes qui doivent être choisis parmi ceux du [Tableau 1](#). Ils ne doivent pas interférer avec les composés présents dans l'extrait d'échantillon.

**Tableau 1 — Exemples d'étalons internes appropriés pour la détermination des hydrocarbures aromatiques volatils**

Nom du composé	Numéro CAS-RN <sup>a</sup>	Numéro EC-N <sup>b</sup>
Toluène-D8	2037-26-5	218-009-5
Éthylbenzène-D10	25837-05-2	247-292-8
2-bromofluorobenzène	1072-85-1	214-018-3
<sup>a</sup> «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service) <sup>b</sup> «EC-Number» (Numéro CE)		

**4.2.2** Pour la détermination des hydrocarbures halogénés volatils, sélectionner de préférence deux composés étalons internes qui doivent être choisis parmi ceux du [Tableau 2](#). Ils ne doivent pas interférer avec les composés présents dans l'extrait d'échantillon.

**Tableau 2 — Exemples d'étalons internes appropriés pour la détermination des hydrocarbures halogénés volatils**

Nom du composé	Numéro CAS-RN <sup>a</sup>	Numéro EC-N <sup>b</sup>
1,4-dichlorobutane	110-56-5	203-778-1
α,α,α-trifluorotoluène	98-08-8	202-635-0
2-bromofluorobenzène	1072-85-1	214-018-3
<sup>a</sup> «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service) <sup>b</sup> «EC-Number» (Numéro CE)		

## 4.3 Composés étalons

### 4.3.1 Hydrocarbures aromatiques volatils

Le [Tableau 3](#) contient des hydrocarbures aromatiques volatils pouvant être utilisés comme composés étalons.

**Tableau 3 — Exemples d'hydrocarbures aromatiques volatils pouvant être utilisés comme composés étalons**

Nom du composé	Numéro CAS-RN <sup>a</sup>	Numéro EC-N <sup>b</sup>
Benzène	71-43-2	202-753-7
Toluène	108-88-3	203-625-9
Éthylbenzène	100-41-4	202-849-4
<i>o</i> -xylène	95-47-6	202-422-2
<i>m</i> -xylène	108-38-3	203-576-3
<i>p</i> -xylène	106-42-3	203-396-5
Styrène	100-42-5	202-851-5
Naphtalène	91-20-3	202-049-5
<sup>a</sup> «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service) <sup>b</sup> «EC-Number» (Numéro CE)		

### 4.3.2 Hydrocarbures halogénés volatils

Le [Tableau 4](#) contient des hydrocarbures halogénés volatils pouvant être utilisés comme composés étalons.

**Tableau 4 — Exemples d'hydrocarbures halogénés volatils pouvant être utilisés comme composés étalons**

Nom du composé	Numéro CAS-RN <sup>a</sup>	Numéro EC-N <sup>b</sup>
Dichlorométhane	75-09-2	200-838-9
Trichlorométhane	67-66-3	200-663-8
Tétrachlorométhane	56-23-5	200-262-8
1,1-dichloroéthane	75-34-3	200-863-5
1,2-dichloroéthane	107-06-2	203-458-1
1,1,1-trichloroéthane	71-55-6	200-756-3
1,1,2-trichloroéthane	79-00-5	201-166-9
1,2-dichloropropane	78-87-5	201-152-2
1,2,3-trichloropropane	98-18-4	202-486-1
<i>cis</i> -1,3-dichloropropène	10061-01-5	233-195-8
<i>trans</i> -1,3-dichloropropène	10061-02-6	208-826-5
<i>cis</i> -1,2-dichloroéthène	156-59-2	205-859-7
<i>trans</i> -1,2-dichloroéthène	156-60-5	205-860-2
3-chloropropène	107-05-1	203-457-6
Trichloroéthène	79-01-6	201-61-04
Tétrachloroéthène	127-18-4	204-825-9
Monochlorobenzène	108-90-7	203-628-5
1,2-dichlorobenzène	95-50-1	202-425-9
<sup>a</sup>	«Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service)	
<sup>b</sup>	«EC-Number» (Numéro CE)	

### 4.4 Méthanol

Le méthanol (voir [Tableau 5](#)) est utilisé comme solvant d'extraction des échantillons de sol et pour la préparation des solutions étalons.

**Tableau 5 — Données d'enregistrement**

Nom du composé	Numéro CAS-RN <sup>a</sup>	Numéro EC-N <sup>b</sup>
Méthanol	67-56-1	200-659-6
<sup>a</sup>	«Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service)	
<sup>b</sup>	«EC-Number» (Numéro CE)	

### 4.5 Agent d'adsorption

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

NOTE 1 L'oxyde de 2,6-diphényl-p-phénylène (Numéro CAS-RN 24938-68-9) est disponible sur le marché sous le nom de Tenax TA<sup>1)</sup>.

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, par souci de commodité, et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.



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

#### 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 (5.2). 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 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.

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

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 une température de  $(4 \pm 2)$  °C à l'abri de la lumière. Elles doivent être ramenées à température ambiante avant utilisation.

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.

##### 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 6](#) des solutions obtenues conformément à [4.9.2](#) et [4.9.1](#) 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 6 — Exemple pour la préparation des solutions d'étalonnage**

Solution d'éta- lonnage	Solution étalon interne (4.9.2) ml	Solution étalon mère (4.9.1) ml	Concentration de la solution d'éta- lon- nage mg/l	Quantité, en µg/5 µl de solution d'éta- lonnage dans 100 ml d'eau (échantillon)
1	5	0	0	0
2	5	1	40	0,2
3	5	2	80	0,4

Tableau 6 (suite)

Solution d'éta- lonnage	Solution étalon interne (4.9.2) ml	Solution étalon mère (4.9.1) ml	Concentration de la solution d'éta- lon- nage mg/l	Quantité, en µg/5 µl de solution d'éta- lon- nage dans 100 ml d'eau (échantillon)
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 7.3).

#### 4.10 Méthanol contenant des étalons internes

Préparer du méthanol contenant une concentration appropriée en étalons internes (0,4 µg/ml par exemple). La concentration doit être telle que la concentration finale dans l'extrait aqueux du récipient de purge est égale à celle des solutions d'étalonnage.

## 5 Appareillage

### 5.1 Généralités

Verrerie courante de laboratoire, exempte de composés interférents.

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

### 5.2 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 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.

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

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

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

5.2.4 Dispositif de réglage du débit, avec débit d'azote réglé à  $(40 \pm 2)$  ml/min.

5.2.5 Tube d'insertion pour le thermocouple.

5.2.6 Réfrigérant de type Allihn ou Graham (voir l'ISO 4799).

5.2.7 Bouchon à vis, avec bague d'étanchéité, en caoutchouc de silicone avec garniture en PTFE.

5.2.8 Tubes d'adsorption, en verre ou en acier inoxydable, remplis avec au moins 240 mg d'adsorbant (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 avant de 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.

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.

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

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

**5.4 Tubes de centrifugation**, d'une capacité de 200 ml.

**5.5 Colonnes capillaires**

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

Des exemples sont donnés en [7.4.1](#) et à l'[Annexe A](#).

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

**5.7 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 cryogénique/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.

**5.8 Intégrateur électronique** ou **enregistreur automatique** ou **ordinateur avec logiciel de chromatographie.**

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