
**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**

*Soil quality — Gas chromatographic determination of volatile
aromatic and halogenated hydrocarbons and selected ethers — Static
headspace method*

Document Preview

[ISO 22155:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f242a6a6-8dab-4c50-a0c7-c6e0c6974f22/iso-22155-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f242a6a6-8dab-4c50-a0c7-c6e0c6974f22/iso-22155-2016>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 22155:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f242a6a6-8dab-4c50-a0c7-c6e0c6974f22/iso-22155-2016>



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

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	2
4 Réactifs	2
5 Appareillage	6
6 Échantillonnage, conservation et traitement préliminaire des échantillons	7
6.1 Généralités.....	7
6.2 Échantillonnage par la méthode de flacons préremplis de méthanol.....	7
6.3 Échantillonnage par la méthode du tube de carottage.....	8
7 Mode opératoire	8
7.1 Détermination à blanc.....	8
7.2 Extraction.....	8
7.3 Analyse par espace de tête.....	8
7.4 Analyse par chromatographie en phase gazeuse.....	9
7.4.1 Généralités.....	9
7.4.2 Étalonnage.....	10
7.4.3 Mesurage.....	11
8 Calculs	11
8.1 Calcul de la concentration d'un composé volatil dans un échantillon d'eau.....	11
8.2 Calcul de la concentration d'un composé volatil dans l'échantillon de sol.....	12
9 Expression des résultats	12
10 Fidélité	12
11 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Temps de rétention relatifs par rapport à l'éthylbenzène-D10 des hydrocarbures aromatiques volatils et des hydrocarbures halogénés volatils — Exemples d'ions cibles et qualifiants adaptés	13
Annexe B (normative) Vérification sur des étalons internes	15
Annexe C (informative) Validation (généralités)	16
Annexe D (informative) Caractéristiques de performance	19
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](#).

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*. <https://standards.iteh.ai/> [iso/1242a6a6-8dab-4c50-a0c7-c6e0c6974f22/iso-22155-2016](https://standards.iteh.ai/iso/1242a6a6-8dab-4c50-a0c7-c6e0c6974f22/iso-22155-2016)

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 22155:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par espace de tête statique pour la détermination quantitative par chromatographie en phase gazeuse des hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils et de certains éthers aliphatiques dans le sol.

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

La limite de quantification dépend du système de détection 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 quantifications suivantes (exprimées par rapport à la matière sèche) s'appliquent:

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

- hydrocarbures aromatiques volatils: 0,2 mg/kg;
- éthers aliphatiques sous forme de méthyl tert.-butyl éther (MTBE) et de tert.-amyl méthyl éther (TAME): 0,5 mg/kg.

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

- hydrocarbures halogénés volatils: 0,01 mg/kg à 0,2 mg/kg.

Des limites de quantification inférieures pour certains composés peuvent être atteintes si l'on utilise la spectrométrie de masse (SM) avec détection sélective des ions (voir [Annexe D](#)).

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 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 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 composés volatils, les échantillons sont prélevés à l'aide d'un tube de carottage en perturbant le moins possible l'échantillon sur le terrain ou en ajoutant immédiatement du méthanol sur le terrain.

L'échantillon pour essai est extrait à l'aide de méthanol. Une aliquote de l'extrait au méthanol est placée dans un flacon à espace de tête avec une quantité définie d'eau et le flacon est bouché hermétiquement. La température des flacons est stabilisée dans un système thermostaté entre 50 °C et 80 °C pour obtenir des conditions d'équilibre spécifiées. L'analyse par chromatographie en phase gazeuse des composés volatils en phase gazeuse en équilibre avec l'eau dans les flacons est effectuée en utilisant l'injection de l'espace de tête et une colonne capillaire appropriée. Les composés organiques volatils sont détectés avec des détecteurs appropriés, comme un spectromètre de masse (SM), un détecteur à ionisation de flamme (FID), un détecteur à capture d'électrons (ECD), un détecteur à photo-ionisation (PID) ou un détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). L'identification et la quantification s'effectuent par comparaison des temps de rétention et des hauteurs de pics (ou des aires de pics) par rapport à l'étalon interne ajouté.

Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, il convient de confirmer l'identité des composés détectés et leurs concentrations en répétant l'analyse par chromatographie 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.

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 de composés organiques volatils

L'eau, exempte de contaminants organiques volatils, doit engendrer des perturbations par interférences négligeables comparées à la plus faible concentration à déterminer. 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 de l'échantillon.

Tableau 1 — Exemples d'étalons internes appropriés

Nom du composé	Numéro CAS-RN ^a	Numéro EC-N ^b
Toluène-D8	2037-26-5	218-009-5
Éthylbenzène-D10	25837-05-2	247-292-8
2-bromofluorobenzène	1072-85-1	214-018-3

^a «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service).
^b «EC-Number» (numéro CE).

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

Tableau 2 — Exemples d'étalons internes appropriés

Nom du composé	Numéro CAS-RN ^a	Numéro EC-N ^b
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

^a «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service).
^b «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 ^a	Numéro EC-N ^b
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

^a «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service).
^b «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 ^a	Numéro EC-N ^b
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

^a «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service).
^b «EC-Number» (numéro CE).

Tableau 4 (suite)

Nom du composé	Numéro CAS-RN ^a	Numéro EC-N ^b
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

^a «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service).
^b «EC-Number» (numéro CE).

4.4 Éthers aliphatiques

Le [Tableau 5](#) contient des éthers aliphatiques pouvant être utilisés comme composés étalons.

Tableau 5 — Exemples d'éthers aliphatiques pouvant être utilisés comme composés étalons

Nom du composé	Numéro CAS-RN ^a	Numéro EC-N ^b
méthyl tert.-butyl éther (MTBE)	1634-04-4	216-653-1
tert.-amyl méthyl éther (TAME)	994-05-8	213-611-4

^a «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service).
^b «EC-Number» (numéro CE).

NOTE Cette méthode peut être étendue à d'autres composés organiques volatils non inclus dans la présente Norme internationale, dans la mesure où elle est validée pour chaque nouveau composé.

4.5 Méthanol

Le méthanol (voir [Tableau 6](#)) est utilisé comme solvant d'extraction des échantillons de sol et pour la préparation des solutions étalons.

Tableau 6 — Données d'enregistrement

Nom du composé	Numéro CAS-RN ^a	Numéro EC-N ^b
Méthanol	67-56-1	200-659-6

^a «Chemical Abstracts Service Registry Number» (numéro d'enregistrement attribué par le Chemical Abstracts Service).
^b «EC-Number» (numéro CE).

NOTE D'autres solvants facilement miscibles dans l'eau et qui n'interfèrent pas avec le processus analytique peuvent également être utilisés, par exemple le diméthylformamide (DMF) et le diméthylsulfoxyde (DMSO).

4.6 Gaz pour chromatographie 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.

4.7 Solutions étalons

4.7.1 Solutions mères étalons pour composés volatils dans du méthanol

Préparer les solutions mères en ajoutant une quantité définie (par exemple 100 µl) des divers composés étalons (4.3, 4.4 et 4.5) avec une microseringue (5.8). Plonger le bout de l'aiguille dans le méthanol et peser avec une précision de 0,1 mg.

NOTE 1 Une concentration adéquate (4 mg/ml) de solution mère étalon est obtenue en pesant 100 mg de la substance étalon et en la dissolvant dans 25 ml de solvant. La solution mère est stable pendant environ 6 mois si elle est conservée à -18 °C.

NOTE 2 Il est également possible, pour des raisons pratiques, de préparer des solutions mères étalons contenant plusieurs composés étalons.

4.7.2 Solutions mères étalons internes dans du méthanol

Les récipients contenant les solutions doivent être pesés de façon à pouvoir détecter toute perte du solvant par évaporation. Les solutions doivent être conservées à une température de (4 ± 2) °C à l'abri de la lumière. Elles doivent être ramenées à température ambiante avant utilisation.

Préparer les solutions mères étalons internes à partir des différents composés étalons internes (4.2.1 et 4.2.2) selon le même mode opératoire qu'en 4.7.1.

4.7.3 Solutions étalons mixtes intermédiaires

Préparer les solutions étalons mixtes intermédiaires en mélangeant un volume défini de chacune des solutions mères étalons, puis en diluant avec du méthanol ou en diluant une solution mère étalon mixte.

NOTE La concentration type est de 40 µg/ml.

Conserver les solutions étalons mixtes intermédiaires à (4 ± 2) °C pendant une durée maximale de 3 mois.

4.7.4 Solutions étalons de travail

ISO 22155:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f242a6a6-8dab-4c50-a0c7-c6e0c6974f22/iso-22155-2016>

Préparer au moins cinq solutions de concentration différente (par exemple de 0,2 µg/ml à 3,2 µg/ml) par dilution appropriée de solutions étalons mixtes intermédiaires, en ajoutant de 50 µl à 500 µl de (4.7.3) au méthanol (10 ml) à l'aide d'une microseringue (5.8).

4.7.5 Solutions étalons internes de travail

Préparer les solutions étalons internes de concentration définie (par exemple 0,4 µg/ml) comme décrit en 4.7.3.

4.7.6 Solutions aqueuses d'étalonnage

Préparer les solutions d'étalonnage (voir Tableau 7) en ajoutant une quantité définie (par exemple 50 µl) de solutions étalons de travail et de solutions étalons internes à un volume défini d'eau (par exemple 10 ml) dans un flacon à espace de tête approprié. Utiliser une seringue et plonger le bout de l'aiguille dans l'eau. Fermer le flacon de façon hermétique avec un bouchon serti, muni d'un septum revêtu de polytétrafluoroéthylène (PTFE). Le volume total de méthanol utilisé pour l'étalonnage doit être le même que pour l'extraction au méthanol de l'échantillon de sol (voir 7.3). Vérifier que, dans la solution aqueuse d'étalonnage finale, la teneur en solvant organique ne dépasse pas une fraction volumique de 2 %.

Tableau 7 — Exemple de préparation des solutions d'étalonnage

Solution d'étalonnage	Solution étalon de travail (4.7.4) μl	Solutions étalons internes de travail (4.7.5) μl	Concentration dans la solution étalon de travail μg/ml	Quantité dans la solution d'étalonnage de 10 ml d'eau (échantillon) ng	Concentration dans la solution aqueuse d'étalonnage μg/l
1	50	50 (méthanol)	0	0	0
2	50	50	0,2	10	1
3	50	50	0,4	20	2
4	50	50	0,8	40	4
5	50	50	1,6	80	8
6	50	50	3,2	160	16

4.8 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 flacon à espace de tête est du même ordre de grandeur que celles des étalons.

5 Appareillage

Verrerie courante de laboratoire, exempte de composés interférents.

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

5.1 Flacons en verre munis d'un septum approprié

Flacons en verre (de 50 ml à 100 ml), à bouchon à vis, munis d'un septum revêtu de PTFE, pour les échantillons de sol brut prélevés sur le terrain. Flacons en verre (de 10 ml pour 5 ml d'eau et de 22 ml pour 10 ml d'eau), munis d'un septum revêtu de PTFE et d'un bouchon métallique serti, compatible avec le système à espace de tête raccordé à un système de chromatographie en phase gazeuse approprié. Les flacons doivent pouvoir être bouchés hermétiquement aussi bien sur le terrain qu'à des températures élevées.

5.2 Pinces à sertir.

5.3 Système à espace de tête

Cette méthode a été élaborée pour utiliser un analyseur d'espaces de tête en équilibre, totalement automatisé, disponible chez divers fabricants. Le système utilisé doit respecter les spécifications suivantes.

Le système doit être capable de maintenir les flacons à une température constante (entre 50 °C et 80 °C).

Le système doit être capable de transférer avec exactitude une partie représentative de l'espace de tête dans un chromatographe en phase gazeuse, équipé de colonnes capillaires.

5.4 Agitateur à mouvement horizontal (200 mouvements à 300 mouvements par minute).

5.5 Colonnes capillaires.

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