

PROJET  
FINAL

NORME  
INTERNATIONALE

ISO/FDIS  
16000-6

ISO/TC 146/SC 6

Secrétariat: DIN

Début de vote:  
2021-05-05

Vote clos le:  
2021-06-30

---

---

## Air intérieur —

Partie 6:

### Dosage des composés organiques (COTV, COV, COSV) dans l'air intérieur et l'air de chambre d'essai par prélèvement actif sur tubes à sorbant, désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse avec détection MS ou MS-FID

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/977a3188-5b2c-4b8d-bfc8->

[Indoor air — iso-fdis-16000-6](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/977a3188-5b2c-4b8d-bfc8-)

*Part 6: Determination of organic compounds (VVOC, VOC, SVOC) in indoor and test chamber air by active sampling on sorbent tubes, thermal desorption and gas chromatography using MS or MS FID*

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence  
ISO/FDIS 16000-6:2021(F)

© ISO 2021

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

ISO/FDIS 16000-6  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/977a3188-5b2c-4b8d-bfc8-104f2d494e6d/iso-fdis-16000-6>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Abréviations</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Réactifs et matériaux</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>6</b>
<b>8</b> <b>Conditionnement et conservation des tubes à sorbant</b> .....	<b>11</b>
8.1    Conditionnement.....	11
8.2    Conservation des tubes à sorbant conditionnés avant prélèvement.....	11
<b>9</b> <b>Prélèvement</b> .....	<b>11</b>
9.1    Prélèvement d'air.....	11
9.2    Volumes de prélèvement.....	12
9.3    Conservation des échantillons chargés.....	12
9.4    Blancs de site.....	12
<b>10</b> <b>Analyse</b> .....	<b>13</b>
10.1   Dosage des COV, des COTV et des COSV.....	13
10.1.1   Système analytique.....	13
10.1.2   Identification des composés cibles.....	15
10.1.3   Quantification des composés cibles et des composés en fonction de la liste de tâches.....	15
10.1.4   Détermination de la limite inférieure de quantification.....	18
10.2   Composés non cibles identifiés et composés non identifiés.....	18
<b>11</b> <b>Concentration en analytes de l'air prélevé</b> .....	<b>18</b>
<b>12</b> <b>Caractéristiques de performance</b> .....	<b>20</b>
<b>13</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>21</b>
<b>14</b> <b>Contrôle qualité</b> .....	<b>21</b>
<b>Annexe A (informative) Composés organiques volatils totaux (COVT) et composés organiques semi-volatils totaux (COSVT)</b> .....	<b>23</b>
<b>Annexe B (informative) Exemples de composés détectés dans l'air intérieur et émanant des produits de construction dans les chambres d'essai</b> .....	<b>25</b>
<b>Annexe C (informative) Description des sorbants</b> .....	<b>30</b>
<b>Annexe D (informative) Guide d'utilisation des sorbants</b> .....	<b>31</b>
<b>Annexe E (informative) Volumes limites de prélèvement des vapeurs organiques sélectionnées</b> .....	<b>33</b>
<b>Annexe F (informative) Taux de récupération des composés fixés sur des tubes à sorbant après conservation</b> .....	<b>36</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>38</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 attirée 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 rédigées 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 nature volontaire des normes, de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute autre 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](http://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*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 16000-6:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- l'utilisation d'autres sorbants que le Tenax TA® est autorisée;
- les descriptions des mesurages des COTV et COSV sont incluses dans la partie obligatoire du présent document.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 16000 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/members.html](http://www.iso.org/members.html).

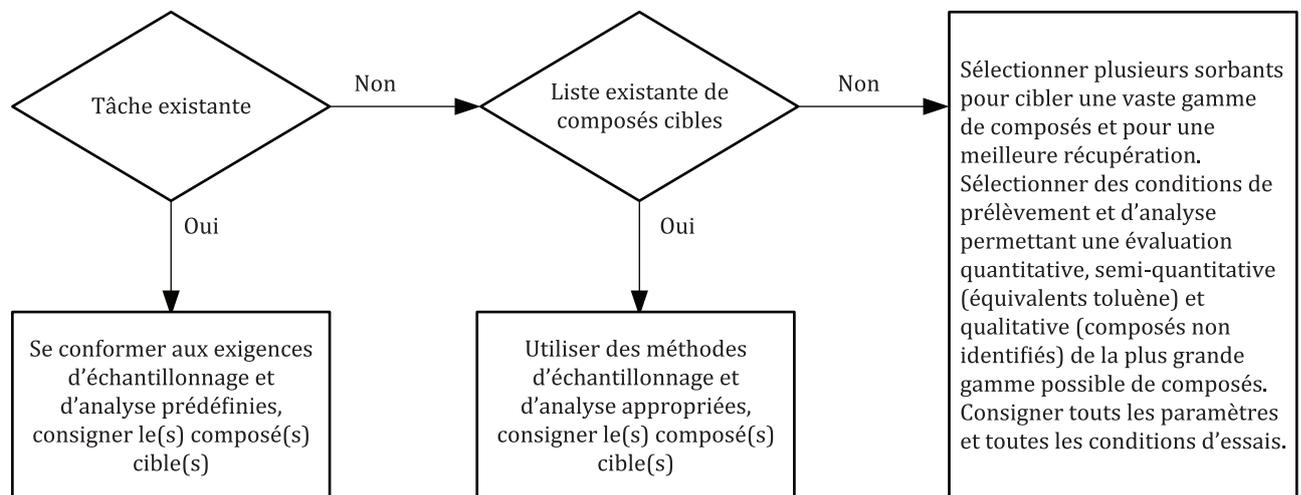
## Introduction

L'ISO 16000-1 établit les exigences générales relatives au mesurage des polluants de l'air intérieur et les conditions qu'il est important de respecter avant ou pendant l'échantillonnage de polluants isolés ou de groupes de polluants. Les détails relatifs au dosage (échantillonnage et analyse) ainsi que la stratégie d'échantillonnage des polluants ou des groupes spécifiques de polluants sont spécifiés dans les autres parties de l'ISO 16000 (voir l'Avant-propos).

L'ISO 16000-5 (traitant de la stratégie d'échantillonnage des COV) est un lien entre l'ISO 16000-1 (une norme générique établissant les principes) et la présente partie de l'ISO 16000 traitant du prélèvement et des mesurages analytiques.

L'ISO 16017 (voir [Article 2](#) et Référence [8]) et l'ISO 12219 [3]-[7] portent également sur les mesurages des substances chimiques organiques en phase vapeur dans l'air.

Le présent document peut être appliqué pour mesurer les composés organiques en phase vapeur dans les environnements intérieurs qui comprennent les bâtiments ayant diverses conceptions et fonctions et les habitacles de différents modes de transport, tout comme pour effectuer des mesurages dans les chambres d'essai d'émission de produit. Ces mesurages peuvent convenir pour divers objectifs tels que décrits dans l'ISO 16000-1 et l'ISO 16000-5. Par conséquent, l'exigence relative au mesurage peut être bien définie par le descripteur de tâche ou peut être relativement ouverte. Par exemple, la tâche peut consister à déterminer une liste spécifique de substances chimiques cibles avec une durée de prélèvement et une sensibilité de mesurage définies, ou elle peut consister à étudier la cause d'un problème de qualité de l'air intérieur qui a été rapporté et mal compris. Selon la tâche du mesurage, l'utilisateur du présent document doit choisir l'instrumentation et les conditions de prélèvement et d'analyse les plus appropriées. Le présent document fournit ces informations dans la partie normative, en association avec des recommandations informatives. La [Figure 1](#) se rapporte aux principales parties de la norme concernant le choix de la méthode la mieux adaptée à la tâche à entreprendre. Le Tenax TA<sup>®1)</sup> seul ou plusieurs sorbants peuvent être utilisés pour capter divers composés organiques en phase vapeur. Plusieurs sorbants sont utilisés pour des gammes plus larges et peuvent améliorer la récupération des composés.



**Figure 1 — Schéma de mesurage illustrant différentes façons d'analyser des échantillons d'air en fonction de la tâche correspondante, y compris des composés cibles**

1) Tenax TA est une 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 saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

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

ISO/FDIS 16000-6

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/977a3188-5b2c-4b8d-bfc8-104f2d494e6d/iso-fdis-16000-6>

## Air intérieur —

### Partie 6:

# Dosage des composés organiques (COTV, COV, COSV) dans l'air intérieur et l'air de chambre d'essai par prélèvement actif sur tubes à sorbant, désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse avec détection MS ou MS-FID

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode permettant de doser les composés organiques volatils (COV) dans l'air intérieur et dans l'air prélevé afin de déterminer l'émission de produits ou de matériaux utilisés dans les environnements intérieurs (conformément à l'ISO 16000-1) à l'aide de chambres d'essai et de cellules d'essai. La méthode utilise un prélèvement sur tubes à sorbant puis une désorption thermique (TD) et une analyse par chromatographie en phase gazeuse (GC) utilisant une colonne capillaire et un détecteur à spectrométrie de masse (MS) avec ou sans détecteur à ionisation de flamme (FID) supplémentaire<sup>[13]</sup>.

La méthode est applicable au mesurage de la plupart des composés organiques volatils en phase vapeur avec une analyse GC, à des concentrations allant de quelques microgrammes par mètre cube à plusieurs milligrammes par mètre cube. De nombreux composés organiques très volatils (COTV) et composés organiques semi-volatils (COSV) peuvent être analysés en fonction des sorbants utilisés.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 16000-1, *Air intérieur — Partie 1: Aspects généraux de la stratégie d'échantillonnage*

EN 13137, *Air des lieux de travail — Pompes pour l'échantillonnage individuel des agents chimiques et biologiques — Exigences et méthodes d'essai*

## 3 Termes et définitions

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

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 <https://www.electropedia.org/>

**3.1**  
**composé organique semi-volatil**  
**COSV**

composé organique éluant après le n-hexadécane sur une colonne de chromatographie en phase gazeuse spécifiée comme étant une colonne capillaire de chromatographie en phase gazeuse 5 % phényle et 95 % méthylpolysiloxane

Note 1 à l'article: La fraction vapeur du COSV ayant une volatilité allant jusqu'au n-C44 peut également être analysée par désorption thermique GC-MS mais requiert des conditions de prélèvement et d'analyse spécifiques pour obtenir des performances optimales [22,25].

**3.2**  
**composé organique volatil**  
**COV**

composé organique éluant entre le n-hexane inclus et le n-hexadécane sur une colonne de chromatographie en phase gazeuse spécifiée comme étant une colonne capillaire de chromatographie en phase gazeuse 5 % phényle et 95 % méthylpolysiloxane

**3.3**  
**composé organique très volatil**  
**COTV**

composé organique éluant avant le n-hexane sur une colonne de chromatographie en phase gazeuse spécifiée comme étant une colonne capillaire de chromatographie en phase gazeuse 5 % phényle et 95 % méthylpolysiloxane

**3.4**  
**composés organiques volatils totaux**  
**COVT**

somme des concentrations des *composés organiques volatils* identifiés et non identifiés (3.2), calculée comme indiqué à l'Annexe A

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 16000-6

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/977a3188-5b2c-4b8d-bfc8-104f2d494e6d/iso-fdis-16000-6>

**3.5**  
**composés organiques semi-volatils totaux**  
**COSVT**

somme des concentrations des *composés organiques semi-volatils* identifiés et non identifiés (3.1), calculée comme indiqué à l'Annexe A.

Note 1 à l'article: La limite de volatilité des COSV inclus dans la somme des COSVT peut être définie par la liste de tâches spécifique.

**3.6**  
**composé cible**

composé individuel en phase vapeur présent dans l'air intérieur à une concentration déterminée quantitativement et rapportée après application de cette méthode

**3.7**  
**liste de tâches**

liste spécifique des exigences de prélèvement et d'analyse définies avant les essais et mentionnées dans le compte-rendu des résultats

Note 1 à l'article: Les exigences peuvent comprendre une liste cible spécifique avec ou sans critères limites associés, et/ou nécessiter l'étude d'inconnues. Elles peuvent également comprendre le contrôle d'éléments tels que l'emplacement, la durée et la fréquence de prélèvement.

**3.8**  
**blanc de laboratoire**

tube à sorbant conditionné extrait du lot choisi pour chaque prélèvement, conservé au laboratoire, fermé à l'aide de bouchons longue conservation tout au long du prélèvement, servant de tube blanc

Note 1 à l'article: à l'Article Ces tubes sont analysés avec les tubes prélevés.

**3.9****blanc de site**

tube à sorbant conditionné extrait du lot utilisé pour le prélèvement, soumis au même mode opératoire de manipulation sur site que les tubes d'échantillons, y compris le retrait et le remplacement des bouchons de conservation, mais non utilisé pour la collecte d'échantillons

**3.10****étalon interne**

composé de concentration connue, ajouté à un échantillon pour faciliter l'identification qualitative et/ou la détermination quantitative des composants de l'échantillon

**4 Abréviations**

Pour les besoins du présent document, les abréviations suivantes s'appliquent:

FID	détecteur à ionisation de flamme
GC	chromatographe en phase gazeuse
MS	spectromètre de masse
COSV	composés organiques semi-volatils
TD	désorption thermique
TIC	chromatogramme d'ions totaux
COSVT	composés organiques semi-volatils totaux
COVT	composés organiques volatils totaux
COV	composés organiques volatils
COTV	composés organiques très volatils

**5 Principe**

Un échantillon d'air est activement prélevé à l'intérieur d'un bâtiment, d'un véhicule, d'une chambre d'essai d'émission (voir l'ISO 16000-9, l'ISO 12219-4, l'ISO 12219-6) ou d'une cellule d'essai d'émission (voir l'ISO 16000-10) en aspirant à travers un ou plusieurs tubes à sorbant un volume d'air mesuré. Les COV, COTV et COSV sont retenus sur le tube à sorbant. Les composés sont ensuite analysés en laboratoire afin de les identifier, de les quantifier en masse de composé retenue et de déterminer la concentration dans l'air associée et ce, pour chaque composé individuel exigé par l'essai spécifique. Selon la gamme de composés cibles, le ou les tubes à sorbant ainsi que les conditions de prélèvement et d'analyse les plus appropriés sont choisis et appliqués. Les composés recueillis sont désorbés par la chaleur et transportés par le gaz vecteur inerte via un piège de focalisation puis envoyés vers un chromatographe en phase gazeuse équipé d'une colonne capillaire et d'un spectromètre de masse, potentiellement complété par un détecteur à ionisation de flamme (FID).

**6 Réactifs et matériaux**

**6.1 Composés organiques volatils** pour étalonnage, de qualité chromatographique.

**6.2 Solvant de dilution** pour préparer la solution de mélange d'étalonnage pour dopage de liquide. Doit être de qualité chromatographique, exempt de composés co-éluant avec le ou les composés analysés (6.1).

## 6.3 Sorbants

### 6.3.1 Généralités

Plusieurs sorbants appropriés pour la désorption thermique sont disponibles dans le commerce. Leur pouvoir sorbant peut aller de très élevé (pour retenir et émettre des COTV) à très faible (pour le prélèvement quantitatif et l'émission de COSV). Pour les sorbants particuliers, la granulométrie appropriée est comprise entre 0,18 mm et 0,60 mm (30 mesh à 80 mesh). Pour une liste détaillée des sorbants, voir l'[Annexe D](#).

**6.3.2 Laine de quartz ou billes de verre/quartz**, propre(s) (c'est-à-dire, ne produisant pas d'artefacts ayant une influence sur l'analyse) et non encline(s) à la formation de particules.

**6.3.3 Polymères poreux, c'est-à-dire Tenax TA<sup>®</sup>** granulométrie d'environ 0,25 mm à environ 0,6 mm (30 mesh à 60 mesh). Le Tenax TA<sup>®</sup> est un polymère poreux à base d'oxyde de 2,6-diphénylène. Le Tenax TA<sup>®</sup> fabriqué contient de nombreuses impuretés qui doivent être éliminées avant son utilisation à des fins de prélèvement de l'air.

**6.3.4 Sorbants de type noir de carbone**, tels que Carbopack X<sup>®2)</sup> ou Carbograph 5 TD<sup>®3)</sup>, granulométrie 0,25 mm à 0,5 mm (40 mesh à 60 mesh). Sorbants de type carbone hydrophobe, appropriés aux COV et COTV et ayant des tensions de vapeur inférieures à celles typiques des hydrocarbures en C<sub>4</sub>.

**6.3.5 Sorbants (très forts) de type tamis moléculaire carboné**, également utilisables au niveau de l'extrémité du tube ne servant pas au prélèvement pour piéger les COTV dont les tensions de vapeur sont supérieures à celles typiques des hydrocarbures en C<sub>4</sub>. Noter toutefois que ces sorbants ne sont pas totalement hydrophobes. Par conséquent, si ces sorbants sont inclus, il faut purger le tube à sec dans la direction de prélèvement avant l'analyse.

## 6.4 Préparation des étalons sur des tubes à sorbant

ISO/FDIS 16000-6  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/977a3188-5b2c-4b8d-bfc8-104f2d494e6d/iso-fdis-16000-6>

Il convient d'étalonner le plus possible de substances identifiées, ou autant que nécessaire, en utilisant les composés de référence standards. Il convient d'introduire des étalons en phase liquide ou gazeuse dans l'extrémité de prélèvement des tubes à sorbant conditionnés.

### 6.4.1 Étalons en phase gazeuse

Des atmosphères étalons contenant des concentrations connues en composé(s) analysé(s) doivent être préparées en appliquant un mode opératoire homologué tel qu'indiqué dans l'ISO 6141<sup>[1]</sup> ou l'ISO 6145<sup>[2]</sup>. Les concentrations types sont d'environ 100 µg/m<sup>3</sup> mais les niveaux peuvent varier en fonction des exigences d'essai. En variante, des étalons en phase gazeuse de qualité et de concentration appropriées doivent être achetés dans le commerce.

Si les concentrations dans une atmosphère étalon préparée ne sont pas raccordables à des étalons primaires et/ou si l'inertie et la stabilité des atmosphères générées ne peuvent pas être garanties, la concentration doit être confirmée en appliquant un mode opératoire indépendant.

**NOTE** Il peut être particulièrement difficile de produire des étalons en phase gazeuse de composés réactifs et/ou à haut point d'ébullition. Il est nécessaire de contrôler régulièrement l'étalon.

2) Carbopack X<sup>®</sup> est une appellation commerciale de Supelco. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

3) Carbograph 5 TD<sup>®</sup> est une appellation commerciale de Lara. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

#### 6.4.2 Chargement des étalons en phase gazeuse dans les tubes à sorbant

Transférer un volume connu d'atmosphère étalon ou d'étalon en phase gazeuse dans un tube à sorbant conditionné depuis l'extrémité de prélèvement, par exemple à l'aide d'une pompe fonctionnant à 50 ml/min.

Le volume d'étalon en phase gazeuse prélevé ne doit pas dépasser le volume de perçage du tube à sorbant pour aucun des composés analysés.

Après le chargement, détacher le tube, puis le refermer hermétiquement. Préparer de nouveaux tubes étalons à chaque lot d'échantillons. Dans le cadre des études avec de l'air intérieur et de l'air de chambre d'essai d'émission, charger les tubes à sorbant avec, par exemple 100 ml, 200 ml, 400 ml, 1 l, 2 l, 4 l ou 10 l de l'atmosphère étalon sélectionnée à 100 µg/m<sup>3</sup>.

#### 6.4.3 Solutions de mélange d'étalonnage pour dopage de liquide

Les concentrations en solution d'étalonnage varient en fonction des exigences d'essai. Le ou les composés sélectionnés doivent être préparés ou obtenus sous la forme d'un étalon liquide dans un solvant de qualité chromatographique (par exemple dans du méthanol) à un niveau approprié (généralement entre 10 ng/µl et 1 000 ng/µl) selon la sensibilité du système et les conditions analytiques sélectionnées, par exemple les rapports de division. Une microseringue de précision doit être utilisée pour introduire des aliquotes de 1 µl de solution étalon dans l'extrémité de prélèvement des tubes à sorbant dans un flux de gaz inerte tel que décrit en 6.4.4. Un volume de 1 µl est suggéré, sauf si le solvant peut être sélectivement et efficacement purgé sans compromettre le perçage du ou des composés analysés les plus volatils.

La stabilité et les durées de conservation des solutions de mélange d'étalonnage doivent être déterminées. De nouvelles solutions étalons doivent être préparées en fonction du mode opératoire ou dans le cas de dégradations, dues par exemple à des réactions entre alcools et cétones.

#### 6.4.4 Chargement des étalons en phase liquide dans les tubes à sorbant

L'extrémité de prélèvement d'un tube à sorbant est ajustée sur le dispositif d'injection du chromatographe en phase gazeuse (GC) (voir 7.6) balayé par du gaz de purge inerte à un débit de 100 ml/min ± 10 ml/min, et une aliquote de 1 µl maximum d'une solution étalon appropriée est injectée au travers du septum. Au bout de 5 min, le tube est détaché, puis refermé hermétiquement. Préparer de nouveaux tubes étalons à chaque lot d'échantillons.

NOTE 1 Il est plus difficile de purger sélectivement le solvant pour des tubes contenant plusieurs sorbants, en particulier pour ceux contenant des sorbants forts. De plus petits volumes d'injection sont recommandés pour les tubes contenant des sorbants plus forts et plusieurs sorbants.

L'introduction d'étalons en phase liquide dans des tubes à sorbant à l'aide d'un injecteur de chromatographe en phase gazeuse est considérée comme constituant l'approche optimale en matière d'introduction d'étalons en phase liquide, car les composés sont en phase vapeur quand ils atteignent la couche de sorbant.

Il convient de préparer les mélanges d'étalonnage dans des conditions de température ambiante contrôlée. Avant utilisation, amener les solutions à l'équilibre de température.

NOTE 2 Lors de la préparation des tubes étalons à partir des étalons en phase liquide contenant des analytes COSV, un transfert efficace est favorisé si la configuration de l'injecteur permet à la pointe de la seringue d'entrer doucement en contact avec le mécanisme retenant le sorbant (par exemple grille ou fritté) au niveau de l'extrémité de prélèvement du tube.

NOTE 3 Il est important de maintenir les volumes d'injection des étalons en phase liquide à 1 µl ou moins sauf si le solvant peut être sélectivement purgé du tube avant analyse. L'utilisation de petits volumes d'injection réduit au minimum la différence entre les étalons et les échantillons pendant l'analyse, et de ce fait réduit au minimum l'incertitude.

NOTE 4 Les tubes étalons contenant des COTV sont le plus souvent préparés à partir d'atmosphères étalons (voir 6.4.1 et 6.4.5) ou d'étalons en phase gazeuse concentrés achetés dans le commerce. La manière appropriée pour introduire des étalons en phase gazeuse concentrés par l'extrémité de prélèvement des tubes à sorbant consiste à utiliser un flux de gaz vecteur via un injecteur GC non chauffé ou un dispositif similaire.

Un étalon interne peut être ajouté en effectuant un mélange avec la solution d'étalonnage ou par dopage séparé.

NOTE 5 Si des tubes étalons sont préparés par introduction d'aliquotes de plus d'une solution étalon ou de plus d'un gaz étalon, il est approprié d'introduire d'abord l'étalon contenant les composés à plus haut point d'ébullition et d'introduire les composés les plus volatils en dernier. Cela réduit au minimum le risque de perçage de l'analyte durant le processus de chargement du tube étalon.

Il convient que la pureté du gaz vecteur inerte utilisé pour purger les tubes à sorbant pendant l'introduction de l'étalon (par exemple He, Ar, N<sub>2</sub>) permette de détecter une injection de 0,5 ng de toluène. La qualité du gaz vecteur est de première importance, car les contaminants contenus dans le gaz sont enrichis sur le sorbant avec les substances à analyser.

D'autres techniques, telles que le dopage direct de liquide sur couche de sorbant sans flux de gaz appliqué, sont également possibles. Dans ce cas, il est important d'utiliser des tubes dans lesquels l'aiguille de la seringue peut directement atteindre la couche de sorbant.

### 6.4.5 Tubes étalons préchargés, disponibles dans le commerce

Des tubes étalons préchargés et certifiés sont disponibles et peuvent servir dans le cadre du contrôle de la qualité analytique et de l'étalonnage de routine.

ITEH STANDARD PREVIEW

## 7 Appareillage

(standards.iteh.ai)

Appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit:

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/977a3188-5b2c-4b8d-bfc8-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/977a3188-5b2c-4b8d-bfc8-4d51494e765f/iso-fdis-16000-6)

### 7.1 Tubes à sorbant, en acier inoxydable ou en verre

#### 7.1.1 Généralités

Les tubes d'un diamètre externe de 6,4 mm (0,25 pouce), d'un diamètre interne de 5 mm et d'une longueur de 89 mm (3,5 pouces) satisfont à l'exigence et sont utilisés dans de nombreux désorbeurs thermiques disponibles dans le commerce. Utiliser de la laine de verre désactivée ou un autre mécanisme adapté, par exemple un fritté en acier inoxydable, pour retenir le sorbant dans le tube. Les tubes à sorbant conditionnés et prélevés doivent être bien fermés, par exemple avec des bouchons à visser en métal et des ferrules en polytétrafluoroéthylène (PTFE) adaptées. D'autres dimensions de tube sont possibles si des données de performance appropriées concernant le piégeage et la récupération de ces composés cibles sont disponibles, ainsi que des informations sur le volume limite de prélèvement (VLP).

NOTE 1 L'unité de pouce n'est pas autorisée dans les documents ISO; les équivalents en pouce sont donnés uniquement à titre d'information.

Des tubes à sorbant préalablement remplis sont disponibles dans le commerce. Sinon, des tubes à sorbant peuvent être remplis en laboratoire en procédant comme suit.

Pour chacun des sorbants et de façon successive, effectuer une pesée dans le tube de la quantité adéquate de sorbant souhaitée et tapoter doucement sur le tube pour faire descendre le sorbant vers la partie basse du tube (opération associée à une aspiration si nécessaire). Placer une gaze ou une grille

supplémentaire à la fin de chaque couche de sorbant pour s'affranchir des mélanges entre sorbants et assurer la rétention des sorbants à l'intérieur du tube.

NOTE 2 La détermination du volume de perçage est spécifiée dans l'ISO 16017-1:2000 Annexe B. Les volumes de perçage sont utilisés pour mesurer le pouvoir sorbant (affinité) pour les vapeurs organiques. Ils dépendent de la température et sont proportionnels aux dimensions du tube de prélèvement et à la quantité de sorbant. En général, le VLP est fixé à 2/3 du volume de perçage. Comme mesure approximative: doubler la longueur de la couche, le diamètre du tube restant inchangé, double le volume de perçage. De même, comme mesure approximative: augmenter la température du tube de 10 °C, pendant le prélèvement, réduit de moitié le volume de perçage. Noter que la plupart des données relatives au volume de perçage et au volume limite de prélèvement (par exemple à l'Annexe E et dans l'ISO 16017-1:2000) sont rapportées à 20 °C. Noter également que le volume de perçage de certains sorbants est négativement affecté par une humidité élevée (voir l'ISO 16017-1).

Lors du remplissage du ou des sorbants dans les tubes, veiller à s'assurer que la position du ou des sorbants dans le tube corresponde à la position du dispositif de chauffage du tube de l'instrument utilisé. Cela assure un chauffage direct du ou des sorbants, ce qui réduit au minimum le transfert des composés. Contacter le fabricant de l'instrument pour obtenir des informations.

### 7.1.2 Tubes à sorbant — Combinaisons et options

Pour plus d'informations, voir les Annexes C et D.

Les tubes ayant les dimensions décrites en 7.1.1 peuvent contenir jusqu'à 3 sorbants ainsi que du quartz (ou de la laine de verre), disposés dans l'ordre, du moins adsorbant au plus adsorbant, à partir de l'extrémité de prélèvement. Cela améliore la gamme de volatilité des composés cibles.

Une masse d'environ 200 mg de Tenax TA<sup>®</sup> est appropriée pour l'échantillonnage des COV et de certains composés à plus haut point d'ébullition, par exemple ceux dont le point d'ébullition est inférieur à celui du n-C<sub>22</sub>.

NOTE 1 La masse volumique du Tenax TA<sup>®</sup> est variable. Cependant, 200 mg de Tenax TA<sup>®</sup> occupent, en règle générale, une longueur d'environ 40 mm dans un tube en métal de 5 mm de diamètre interne et une longueur d'environ 60 mm dans un tube en verre de 4 mm de diamètre interne.

La récupération des composés semi-volatils (notamment ceux moins volatils que le n-C<sub>22</sub>) est facilitée par l'insertion d'une couche courte (de 5 mm à 10 mm) de laine de quartz peu dense en amont des 200 mg de Tenax TA<sup>®</sup>.

Le prélèvement et l'analyse quantitatifs des COTV peuvent être effectués en ajoutant une couche de 20 mm d'un sorbant plus fort approprié après le Tenax TA<sup>®</sup>.

NOTE 2 Le fait de choisir du Carbo-pack X<sup>®</sup> ou du Carbograph 5 TD<sup>®</sup> comme sorbant plus fort facilite la rétention et l'analyse quantitatives des composés aussi volatils que le 1,3-butadiène, mais sans rétention significative de l'eau.

NOTE 3 En variante, des sorbants encore plus forts sont disponibles (par exemple, des tamis moléculaires carbonés) et permettent de piéger les composés ultra-volatils tels que les hydrocarbures en C<sub>3</sub> et le chlorure de vinyle. Cependant, les tubes remplis de ces sorbants très forts sont sujets à la rétention d'eau (voir l'ISO 16017-1) et nécessitent normalement une étape supplémentaire de purge à sec avant l'analyse par TD-GC-MS(FID).

NOTE 4 Les tubes (métalliques) en acier inoxydable ou en acier inoxydable revêtu de 5 mm de diamètre interne peuvent contenir 200 mg de Tenax TA<sup>®</sup> et 20 mm de sorbant plus fort.

NOTE 5 Un exemple de sorbants utilisés comprend: laine de quartz (5 mm); Tenax TA<sup>®</sup> (175 mg, ~35 mm); et 15 mm à 20 mm de Carbograph 5 TD<sup>®</sup> ou Carbo-pack X<sup>®</sup> - approprié pour les composés dont la gamme de volatilité est comprise entre celle du 1,3-butadiène et du n-C<sub>30</sub> ou plus, selon la capacité de l'instrument de désorption thermique choisi.

Tous les sorbants doivent être placés dans la partie centrale (en général, 60 mm) du tube, c'est-à-dire dans la partie en contact direct avec le four de désorption du tube de l'appareil (voir Figure 2).

Il convient de désorber tous les tubes à sorbant avec le flux de gaz vecteur dirigé dans le sens inverse de celui du flux d'air pendant le prélèvement (voir Figure 2).