
**Peintures et vernis — Détermination
des solvants dans les produits de
peinture contenant uniquement des
solvants organiques — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse**

*Paints and varnishes — Determination of solvents in coating
materials containing organic solvents only — Gas-chromatographic
method*

iTeh STANDARDS (standards.itih.ai)

[ISO 23322:2021](https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/6c753e0f-0d32-4b41-a4d3-bbc694177bf4/iso-23322-2021)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/6c753e0f-0d32-4b41-a4d3-bbc694177bf4/iso-23322-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 23322:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c753e0f-0d32-4b41-a4d3-bbc694177bf4/iso-23322-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c753e0f-0d32-4b41-a4d3-bbc694177bf4/iso-23322-2021>



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
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Unités	1
5 Principe	1
6 Appareillage	2
6.1 Chromatographie en phase gazeuse	2
6.1.1 Généralités	2
6.1.2 Système d'injection d'échantillon	2
6.1.3 Étuve	3
6.1.4 Détecteur	3
6.1.5 Colonne de séparation capillaire	3
6.1.6 Critères de performance du système analytique	3
6.2 Seringue d'injection	3
6.3 Traitement des données	3
6.4 Fliale d'échantillon	3
7 Réactifs	4
7.1 Généralités	4
7.2 Standard interne	4
7.3 Gaz	4
7.4 Substances d'étalonnage	4
7.5 Solvant d'extraction	4
8 Échantillonnage	5
9 Choix du système d'injection d'échantillon	5
10 Mode opératoire	5
10.1 Conditions de la chromatographie en phase gazeuse	5
10.2 Volume d'injection	5
10.3 Étalonnage	5
10.3.1 Généralités	5
10.3.2 Préparation de solutions d'étalonnage	6
10.3.3 Analyse de l'étalonnage en plusieurs points	6
10.4 Assurance qualité	7
10.5 Préparation et analyse de l'échantillon	7
10.5.1 Injection directe	7
10.5.2 Injection d'espace de tête	7
10.5.3 Préparation des échantillons pour essai pour analyse sans ajout d'étalons multiples	8
10.5.4 Acquisition des données pour l'analyse des échantillons	8
11 Détermination quantitative de la teneur en composés par rapport au FRSC	8
12 Expression des résultats	8
13 Fidélité	9
13.1 Répétabilité	9
13.2 Reproductibilité	9
14 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Exemples de conditions pour la méthode de CG	10
Bibliographie	13

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 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 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 16, *Analyse chimique*.

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/fr/members.html.

Peintures et vernis — Détermination des solvants dans les produits de peinture contenant uniquement des solvants organiques — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination par chromatographie en phase gazeuse de la composition qualitative et quantitative de solvants contenus dans un produit. La méthode est applicable aux produits de peinture contenant uniquement des solvants organiques (généralement appelés produits de peinture conventionnels) et aux solutions de liant et dispersions non aqueuses contenant uniquement des solvants organiques.

La méthode définie dans le présent document n'est pas applicable à la détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV) et composés organiques semi-volatils (COSV).

NOTE Pour la détermination des COV et des COSV, voir l'ISO 11890-2.

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 4618, *Peintures et vernis — Termes et définitions*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 4618 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/>

4 Unités

Les résultats analytiques sont exprimés en fraction massique.

5 Principe

La fraction volatile de l'échantillon de produit soumis à l'essai est séparée par chromatographie en phase gazeuse. En fonction du type de produit, il est possible d'utiliser un système d'injection d'échantillon à chaud, un système d'injection d'échantillon à froid ou un système d'injection d'espace de tête. Après que les composants ont été identifiés, ils sont quantifiés d'après les aires de pic par la méthode de l'étalon interne.

6 Appareillage

6.1 Chromatographie en phase gazeuse

6.1.1 Généralités

La chromatographie en phase gazeuse doit être appropriée pour une utilisation avec des colonnes de séparation capillaires et remplir les conditions spécifiées en [6.1.2](#) à [6.1.4](#).

Toutes les pièces venant en contact avec l'échantillon pour essai doivent être faites d'un matériau, par ex. de verre, qui soit résistant à l'échantillon et ne le modifie pas chimiquement.

6.1.2 Système d'injection d'échantillon

6.1.2.1 Généralités

La méthode offre un choix entre trois systèmes d'injection d'échantillon:

- système d'injection à chaud avec diviseur d'échantillon;
- système d'injection à froid avec diviseur d'échantillon;
- injecteur d'espace de tête.

6.1.2.2 Système d'injection à chaud

L'instrument doit comporter un bloc d'injection à température variable doté d'un diviseur d'échantillon. La température d'injection doit pouvoir se régler avec une exactitude de 1 K. La température de service standard doit être entre 250 °C et 280 °C.

NOTE Il est utile d'utiliser de la laine de verre silanisée pour retenir les constituants non volatils. Les faces actives de la laine de verre silanisée peuvent servir de piège à composés organiques et influe sensiblement sur le taux de récupération dans la plage inférieure de la méthode. L'occurrence d'une adsorption est révélée par la présence de queues de pic, en particulier pour les composants de faible volatilité et/ou de polarité élevée.

6.1.2.3 Système d'injection à froid

Le système d'injection à froid doit être doté d'un dispositif de programmation de température permettant de chauffer de la température ambiante à 300 °C, et comprendre un diviseur d'échantillon pour l'opération de division.

NOTE Il est utile d'utiliser de la laine de verre silanisée pour retenir les constituants non volatils. Les faces actives de la laine de verre silanisée peuvent servir de piège à composés organiques et influe sensiblement sur le taux de récupération dans la plage inférieure de la méthode. L'occurrence d'une adsorption est révélée par la présence de queues de pic, en particulier pour les composants de faible volatilité et/ou de polarité élevée.

6.1.2.4 Injection d'espace de tête

Il doit être possible de régler la température aux valeurs suivantes:

- température régulée de l'échantillon: 150 °C;
- températures régulées de la ligne de transfert et du robinet de distribution: 160 °C;
- temps de maintien de la température: 4 min.

6.1.3 Étuve

L'étuve doit pouvoir être chauffée entre 40 °C et 300 °C, tant dans des conditions isothermes que dans des conditions de température programmée. Il doit être possible de régler la température de l'étuve à 1 K près. La température finale du programme de température ne doit pas dépasser la température de service maximale de la colonne de séparation (voir les instructions du fabricant).

6.1.4 Détecteur

6.1.4.1 Généralités

L'un des deux détecteurs suivants doit être utilisé.

6.1.4.2 Spectromètre de masse (SM) ou autre détecteur à sélection de masse (DSM)

Afin d'empêcher toute condensation, la température du détecteur doit être au moins 10 K au-dessus de la température maximale de l'étuve.

6.1.4.3 Détecteur à ionisation de flamme

Le détecteur à ionisation de flamme (FID) est utilisé à des températures entre 230 °C et 300 °C. Afin d'empêcher toute condensation, la température du détecteur doit être au moins 10 K au-dessus de la température maximale de l'étuve. Le réglage de l'alimentation en gaz du détecteur, du volume d'injection, du rapport de division et du gain doit être optimisé de sorte que les signaux (aires de pic) utilisés pour le calcul soient proportionnels à la quantité de substance.

6.1.5 Colonne de séparation capillaire

La colonne doit être faite de verre ou de silice fondue. Des colonnes de longueur suffisante pour décomposer les différents volatils et de diamètre interne maximal 0,32 mm, d'une polarité appropriée et d'une épaisseur de film appropriée doivent être utilisées.

6.1.6 Critères de performance du système analytique

Les critères de performance du système analytique doivent être démontrés. La résolution, R , des pics devant être séparés doit être d'au moins 1,5.

Pour les composés en cours d'étude, il faut s'assurer que la concentration de l'échantillon est à l'intérieur de la plage de quantification du système analytique.

NOTE La limite de quantification peut s'en écarter pour les composés simples. Si nécessaire, la limite de quantification spécifique à un composé peut être déterminée pour le(s) composé(s) déterminé(s).

6.2 Seringue d'injection

La seringue d'injection pour les systèmes d'injection à chaud ou à froid doit avoir une capacité d'au moins deux fois le volume de l'échantillon à injecter dans la chromatographie en phase gazeuse.

6.3 Traitement des données

Un logiciel approprié doit être utilisé pour l'intégration, l'étalonnage, la quantification et autres procédés de manipulation des données.

6.4 Fiole d'échantillon

Une fiole d'échantillon appropriée est une fiole fabriquée à partir d'un matériau inerte chimiquement, par exemple du verre, et pouvant être fermée hermétiquement, par exemple à l'aide d'une membrane en

caoutchouc dotée d'un revêtement de poly(tétrafluoroéthylène) (PTFE). Le récipient doit être rempli à environ 90 % de sa capacité.

7 Réactifs

7.1 Généralités

Le [Tableau 1](#) présente une liste non exhaustive d'étalons internes et de solvants d'extraction.

Tableau 1 — Liste de réactifs et leur fonction

Réactif	N° CAS ^a	Abréviation	Fonction
<i>n</i> -tétradécane	N° CAS 629-59-4	C14	étalon interne
diéthyladipate	N° CAS 141-28-6	DEA	étalon interne
acétonitrile	N° CAS 75-05-8	ACN	solvant d'extraction
méthanol	N° CAS 67-56-1	MEOH	solvant d'extraction
acétone	N° CAS 67-64-1	AC	solvant d'extraction
tétrahydrofurane	N° CAS 109-99-9	THF	solvant d'extraction

^a N° CAS: numéro de registre du Chemical Abstracts Service.

7.2 Standard interne

Il convient que l'étalon interne soit un composé absent de l'échantillon et complètement séparé des autres composants sur le chromatogramme. Il doit être inerte vis-à-vis des constituants de l'échantillon, stable dans la plage de température requise, et de pureté connue. L'étalon interne préféré est le DEA.

NOTE Si le DEA n'est pas approprié en tant qu'étalon interne, des étalons internes tels que des éthers glycoliques peuvent être appropriés.

7.3 Gaz

7.3.1 Gaz porteur: Hélium, azote ou hydrogène sec, exempt d'oxygène, d'une pureté d'au moins 99,995 % (fraction volumique).

7.3.2 Gaz de détecteur: Hydrogène d'une pureté d'au moins 99,995 % (fraction volumique) et air (synthétique) exempt de composés organiques.

7.3.3 Gaz auxiliaire: Azote ou hélium de la même qualité que le gaz porteur.

Des filtres appropriés doivent être installés dans les conduites de raccordement de la chromatographie en phase gazeuse pour adsorber les impuretés résiduelles (voir les instructions d'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse).

7.4 Substances d'étalonnage

Le solvant utilisé pour l'étalonnage doit avoir une pureté d'au moins 99 % (fraction massique) ou doit être de pureté connue.

7.5 Solvant d'extraction

Pour optimiser l'injection directe, il est possible de diluer l'échantillon avec des solvants d'extraction appropriés (par ex. acétone, N° CAS 67-64-1, méthanol, N° CAS 67-56-1, acétonitrile, N° CAS 75-05-8 ou tétrahydrofurane, N° CAS 109-99-9). Les solvants d'extraction doivent avoir une pureté d'au moins 99 % (fraction massique) ou être de pureté connue et ne doivent pas contenir de substances interférant

avec la détermination, par exemple en créant des pics en chevauchement sur le chromatogramme. Toujours réaliser une analyse distincte par injection du solvant seul afin d'observer les contaminants et les éventuels pics d'interférence, en particulier pour l'analyse des éléments en trace.

L'adéquation d'un solvant ou d'un mélange de solvants autre que l'acétone, le méthanol et le THF doit être vérifiée par détermination des taux de récupération des analytes de l'échantillon en cours d'étude.

8 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif, tel que décrit dans l'ISO 15528.

9 Choix du système d'injection d'échantillon

Le choix entre une injection à chaud, une injection à froid et une injection d'espace de tête dépend du type du produit soumis à l'essai. Il sera nécessaire d'utiliser le système d'injection à froid pour les produits qui, à température élevée, libèrent des substances interférant avec la détermination.

Des indications de réactions de clivage ou de décomposition peuvent être obtenues par examen des changements apparaissant sur le chromatogramme (par ex. occurrence de pics étrangers ou augmentation de la taille des pics ou élargissement des pics) à diverses températures de l'injecteur d'échantillon.

Les deux systèmes d'injection d'échantillon, injection à chaud et injection à froid, ont été étudiés dans des essais interlaboratoires, où les observations suivantes ont été faites: le système d'injection à froid comprend tous les constituants volatils, solvants et produits de clivage des liants et des additifs. Les produits de clivage des liants ou des additifs qui sont identiques à un composant de solvant peuvent être séparés par un système d'injection à froid, puisqu'ils sont élués ultérieurement en résultat de l'augmentation programmée de la température du bloc d'injection.

L'injecteur d'espace de tête est principalement utilisé pour les échantillons à faible teneur en solvants organiques.

L'espace de tête ne peut être utilisé que pour analyser les solvants de volatilité suffisante à la température régulée de l'échantillon.

10 Mode opératoire

10.1 Conditions de la chromatographie en phase gazeuse

Les conditions utilisées pour la chromatographie en phase gazeuse dépendent du produit à analyser et doivent être optimisées à chaque fois en utilisant un mélange connu de solvants. L'[Annexe A](#) donne des exemples de conditions appropriées.

10.2 Volume d'injection

Le volume d'injection et le rapport de division doivent être coordonnés de façon à ne pas dépasser la capacité de la colonne de séparation et à rester dans la plage linéaire du détecteur. La présence de pics asymétriques (partie arrière du pic plus abrupte que la partie avant) indique une surcharge du système de chromatographie en phase gazeuse.

10.3 Étalonnage

10.3.1 Généralités

Lorsque des composés d'étalonnage appropriés sont disponibles dans le commerce, le facteur de réponse relatif doit être déterminé à l'aide d'un étalonnage en plusieurs points.

10.3.2 Préparation de solutions d'étalonnage

Peser, dans une fiole d'échantillon (voir 6.4), à 0,1 mg près, des quantités appropriées des composés déterminés en 10.5.1, du même ordre de grandeur que leurs teneurs respectives dans le produit soumis à l'essai.

Peser une quantité similaire de l'étalon interne (voir 7.2) dans la fiole d'échantillon, diluer le mélange avec un solvant d'extraction (voir 7.5), et l'injecter dans les mêmes conditions que celles utilisées pour l'échantillon pour essai.

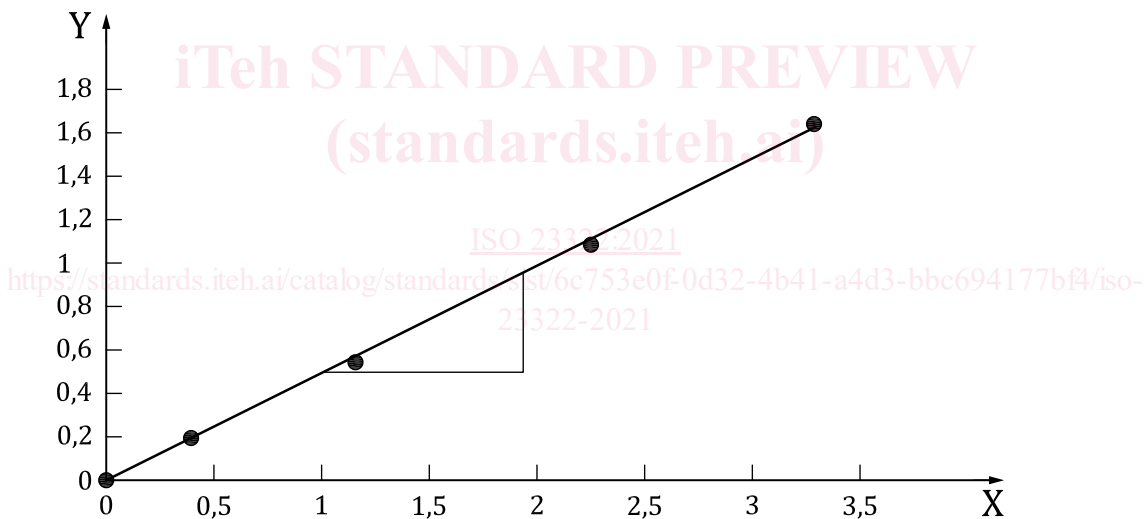
Répéter le mode opératoire ci-dessus deux à sept fois en fonction du nombre de points d'étalonnage en utilisant différentes quantités, y compris les teneurs respectives dans le produit soumis à l'essai.

NOTE 1 Habituellement, un étalonnage en trois ou cinq points est approprié.

NOTE 2 Un étalonnage en un seul point n'est pas approprié pour l'étalonnage initial d'un composé puisqu'il ne permet pas de vérifier la relation linéaire entre la réponse relative et la masse relative, voir la Figure 1.

10.3.3 Analyse de l'étalonnage en plusieurs points

Injecter des quantités appropriées des solutions d'étalonnage dans l'instrument de chromatographie en phase gazeuse. Reporter la masse du composé en cours d'étude par rapport à la masse de l'étalon interne en fonction de l'aire de pic du composé *i* divisée par l'aire de pic de l'étalon interne.



Légende

Y A_i/A_{is}
 X m_i/m_{is}

Figure 1 — Exemple d'un étalonnage en plusieurs points

Puis réaliser une régression linéaire pour déterminer la pente de la courbe, s_i . Elle représente l'inverse du facteur de réponse relatif spécifique au composé (FRSC), r_i . La fonction pour la régression linéaire, la relation entre la pente de la courbe et le FRSC et le calcul du facteur de réponse relatif, r_i , sont donnés dans les Formules (1), (2) et (3).

$$\Delta \left(\frac{A_i}{A_{is}} \right) = s_i \cdot \Delta \left(\frac{m_i}{m_{is}} \right) \tag{1}$$

$$r_i = \frac{1}{s_i} \tag{2}$$