
NORME INTERNATIONALE



2718

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Plan normalisé de méthode d'analyse chimique par chromatographie en phase gazeuse

Standard layout for a method of chemical analysis by gas chromatography

Première édition — 1974-04-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2718:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f6ef7769-18ed-4d0e-ab0d-155fd371697b/iso-2718-1974>

CDU 543.544 : 389.6

Réf. N° : ISO 2718-1974 (F)

Descripteurs : analyse chimique, essai chimique, chromatographie, chromatographie en phase gazeuse, spécification.

Prix basé sur 7 pages

A VANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 2718 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en avril 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Chili	Italie	Tchécoslovaquie
Danemark	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Portugal	U.R.S.S.

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Plan normalisé de méthode d'analyse chimique par chromatographie en phase gazeuse

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

0 INTRODUCTION

La chromatographie en phase gazeuse est une technique de séparation et de dosage qui est de plus en plus utilisée, notamment pour des analyses de contrôle au sein d'un même laboratoire, pour des analyses de contrôle de réception entre laboratoires, pour les analyses d'échantillons inconnus et pour la recherche analytique.

En raison de la diversité des appareillages et des modes opératoires, il est apparu utile d'établir un plan normalisé pour la présentation des caractéristiques fondamentales et des indications d'ordre technique qui doivent être spécifiées :

- soit pour présenter, dans une publication scientifique ou dans un document de caractère commercial, le compte-rendu d'une étude expérimentale ou d'une analyse de contrôle : les auteurs de telles publications doivent donner toutes les indications nécessaires, pour faciliter la compréhension de l'étude et des modes opératoires suivis, et permettre leur mise en oeuvre avec un appareillage identique ou très voisin.

- soit pour rédiger un mode opératoire applicable dans des laboratoires équipés d'appareils différents : seules doivent être données les indications nécessaires et suffisantes pour permettre l'exécution de la méthode et l'obtention des résultats reproductibles dans des limites de précision déterminées.

La liste des caractéristiques énumérées dans le présent plan normalisé ne saurait être considérée comme exhaustive, et ne saurait non plus impliquer que toutes ces caractéristiques doivent être données et explicitées dans les publications et les modes opératoires. Dans chaque cas, il appartiendra aux auteurs ou aux rédacteurs de tels documents de choisir, dans cette liste, les caractéristiques qui permettront d'atteindre l'un ou l'autre des deux objectifs mentionnés ci-dessus.

En particulier, sur le plan de la normalisation, les indications qu'il conviendra de donner dans une norme particulière, seront établies à la suite d'une étude expérimentale effectuée dans plusieurs laboratoires, et d'une analyse comparative des résultats.

PLAN NORMALISÉ

- 1 TITRE
- 2 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION
- 3 PRODUITS
- 4 APPAREILLAGE
- 5 ÉCHANTILLON
- 6 MODE OPÉATOIRE
- 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS
- 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI
- 9 PRÉCAUTIONS

[ISO 2718:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f6ef7769-18ed-4d0e-ab0d-155fd371697b/iso-2718-1974)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f6ef7769-18ed-4d0e-ab0d-155fd371697b/iso-2718-1974>

COMMENTAIRES RELATIFS À LA MISE EN APPLICATION DU PLAN NORMALISÉ

1 TITRE

Le titre de la publication ou de la norme doit exprimer, sans aucune ambiguïté, son contenu, en rappelant brièvement les produits qu'elle concerne et la nature de l'analyse.

2 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Ce chapitre doit contenir des indications précises sur l'objet de l'étude ou de la norme, et notamment sur le domaine d'application de la méthode décrite. Il doit comprendre un court exposé, susceptible d'être utilisé comme « Résumé ».

3 PRODUITS

Mentionner tous dangers éventuels et faire référence à leur propos au chapitre 9, « Précautions ».

3.1 Gaz vecteur et gaz auxiliaires

- Nature et référence commerciale.
- Teneur en impuretés et mode de purification.

3.2 Produits pour préparation des étalons

3.3 Faire référence à 4.3 pour ce qui concerne la colonne et notamment son remplissage et sa préparation.

4 APPAREILLAGE

4.1 Type de l'appareillage

4.1.1 Caractéristique du montage (four, régulation de température . . .), dispositifs spéciaux.

4.1.2 Dispositif de réglage de la pression, ou du débit du gaz vecteur et des gaz auxiliaires.

4.2 Dispositif d'injection

- Type.
- Matériau.
- Caractéristiques.
- Accessoires divers.

4.3 Colonnes (et pré-colonne)

4.3.1 Nombre

- Combinaison et commutation des colonnes.

4.3.2 Tube

- Nature du tube (matériau et traitement).
- Longueur et longueur de remplissage.
- Diamètres intérieur et extérieur.
- Forme (en U, W, spirale . . .).
- Rayon de courbure éventuel.

4.3.3 Remplissage

4.3.3.1 Support

- Nature (désignation, lot . . .).
- Granulométrie.
- Traitement éventuel.

4.3.3.2 Phase stationnaire

- Nature chimique
- Taux d'imprégnation : indiquer, sans ambiguïté, les proportions de phase stationnaire et de support (par exemple, en grammes de phase stationnaire pour 100 g de support, ou en pourcentage en masse de phase stationnaire par rapport à la somme support + phase).

4.3.3.3 Adsorbant

- Nature.
- Granulométrie et/ou autres caractéristiques physiques.
- Activation.

4.3.3.4 Autres remplissages

- Adsorbants modifiés.
- Polymères poreux.

4.3.3.5 Méthode de remplissage et masse introduite.

4.3.4 Efficacité ou résolution

4.3.4.1 Efficacité dans des conditions données.

4.3.4.2 Résolution dans des conditions données.

4.4 Diviseur de flux

4.5 Détecteur

- Type.
- Caractéristiques.
- Dispositif électronique associé (caractéristiques de l'électromètre).

4.6 Enregistreur et/ou intégrateur

- Type.
- Sensibilité.
- Impédance.
- Temps de réponse.

4.7 Système électronique d'exploitation des résultats

4.8 Accessoires

5 ÉCHANTILLON

- Nature :
 - nom;
 - description;
 - composition présumée.
- Modalité d'échantillonnage et de conservation.
- Conditions particulières pouvant intervenir lors de l'analyse (volatilité, stabilité, explosibilité, toxicité, etc. avec référence si nécessaire, au chapitre 9, «Précautions».
- Traitement préalable (distillation, dissolution, méthylation, ou autre traitement).

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Réglage de l'appareillage

6.1.1 Injecteur

- Température et intervalle maximal admissible.

6.1.2 Four et colonne

6.1.2.1 Températures

- Conditions isothermes :
 - température et intervalle maximal admissible.
- Conditions programmées :

température et période initiales;
programme de montée en température;
température et période finales.

6.1.2.2 Débit du gaz vecteur

- Conditions isobares :
 - valeur du débit;
 - pressions d'entrée et de sortie de la colonne.
- Conditions programmées :
 - débit et période initiaux;
 - programme de variation du débit;
 - contre courant.

6.1.3 Diviseur de flux

- Rapport entre les flux divisés.

6.1.4 Détecteur

- Température et intervalle maximal admissible.
- Réglages électriques.
- Réglage des gaz auxiliaires.

6.1.5 Enregistreur

- Vitesse de déroulement du papier.
- Atténuation initiale.

6.1.6 Intégrateur

6.2 Étalonnage

6.2.1 Méthodes d'étalonnage

Les différentes méthodes d'étalonnage suivantes sont les plus couramment utilisées :

6.2.1.1 Normalisation interne

Tous les constituants sont élués, tous les pics sont mesurés. Les mesures sont pondérées à 100 avec coefficient d'étalonnage déterminé soit par calcul (voir 6.2.3), soit par mesurage à chaque analyse (voir 6.2.2.1).

6.2.1.2 Étalonnage interne

Une quantité connue d'un produit connu, tel que le pic correspondant n'interfère pas avec les autres pics, est ajoutée à l'échantillon. La mesure des pics des différents constituants, corrigée à l'aide de leurs coefficients d'étalonnage respectifs, est comparée à celle du pic du produit connu ajouté.

6.2.1.3 Étalonnage externe

Une certaine quantité de l'échantillon, et une quantité égale d'un mélange synthétique connu, sont successivement chromatographiés. Les mesures des pics obtenus sont comparées.

6.2.1.4 Étalonnage absolu

Une quantité connue d'échantillon est injectée. À partir du mesurage des pics, et en tenant compte du réglage de l'appareil, la quantité de constituant correspondant à chaque pic est déterminée à l'aide d'une relation générale liant la mesure du pic à la masse du constituant. Cette relation est basée par exemple sur des analyses gravimétriques, volumétriques ou coulométriques) et se présente sous la forme d'une table, d'une courbe, d'un abaque, etc.

6.2.1.5 Étalonnage par addition

Sont chromatographiés successivement :

- l'échantillon original. Les pics correspondant au constituant à doser et à un constituant donnant un pic voisin sont mesurés.
- un mélange témoin d'une quantité m de l'échantillon et d'une quantité m_1 connue du constituant à doser. Les pics correspondant au constituant à doser et au constituant donnant le pic voisin sont mesurés.

Le tableau ci-dessous résume les conditions d'utilisation des cinq méthodes d'étalonnage précitées en 6.2.1.1 à 6.2.1.5.

6.2.2 Mélanges étalon**6.2.2.1 Fréquence d'utilisation :**

- étalons utilisés pour la détermination de coefficients, une fois pour toutes, ou pour un réétalonnage périodique (préciser la période);
- étalons utilisés à chaque analyse.

6.2.2.2 Mode de préparation du mélange étalon ou de la série de mélanges étalons.

6.2.2.3 Conditions particulières à l'utilisation chromatographique des mélanges étalons :

- injection de quantités connues ou identiques;
- conditions pour que le réglage de l'appareil soit reproductible;
- analyse éventuelle subséquente ou simultanée du mélange étalon.

6.2.3 Présentation des données de l'étalonnage**6.2.3.1 Sous forme de courbes :**

- échelles choisies;
- mode de construction d'abaques;
- présentations particulières.

6.2.3.2 Sous forme de coefficients :

- mode de calcul à partir des résultats de la chromatographie de mélanges étalons; préciser les unités;
- mode de calcul à partir de données théoriques (balance à densité de gaz, méthode de Sternberg, Gallaway et Jones, etc.);
- estimations approximatives; cas où les coefficients sont admis égaux à 1; préciser alors qu'il s'agit d'une approximation et expliquer celle-ci; règles à suivre dans le cas de pics non identifiés.

6.3 Essai

6.3.1 Préparation de la prise d'essai (cas de l'étalonnage interne) ou du mélange témoin (cas de l'étalonnage par addition)

- Volume ou masse de l'échantillon.
- Volume ou masse du mélange étalon ou de l'ajout.
- Mode opératoire pour l'addition du mélange étalon dans l'échantillon.

Méthode	Constituants élus	Détecteur	Volume injecté	Conditions de marche du chromatographe
Normalisation interne	Tous les constituants	Linéaire	Quelconque	Stables durant l'analyse
Étalonnage interne	Constituants à doser	Linéaire	Quelconque	Stables durant l'analyse
Étalonnage externe	Constituants à doser	Linéaire	Reproductible	Stables durant deux analyses consécutives au moins
Étalonnage absolu	Constituants à doser	Quelconque	Connu reproductible	Stables durant une série d'analyses reproductibles d'un jour à l'autre
Étalonnage par addition	Constituants à doser	Linéaire	Quelconque	Stables durant deux analyses consécutives au moins

6.3.2 Introduction de la prise d'essai (et du mélange témoin, dans le cas de l'échantillon par addition)

- Quantité injectée.
- Mode opératoire.

6.3.3 Enregistrement

- Atténuation et modifications de l'atténuation et de la vitesse de déroulement du papier.
- Durée.

6.4 Examen des chromatogrammes

6.4.1 Chromatogramme type

6.4.2 Analyse qualitative

- Ordre d'élution des constituants (pics).
- Caractéristiques de rétention.
- Spécification des interférences possibles.
- Méthodes d'identification complémentaires.

6.4.3 Analyse quantitative

- Mesurages effectués (hauteurs de pics, produit hauteur par distance de rétention, triangle construit sur les pics, triangulation, planimétrie, découpage et pesée, intégrateur, etc.).
- Calculs :
 - report aux courbes d'étalonnage ou utilisation d'abaques
 - formules à appliquer
- Méthodes particulières.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Analyse qualitative

- Nombre de constituants trouvés.
- Noms des constituants identifiés.

7.2 Analyse quantitative

- Résultats, et modes d'expression des résultats.
- Limite de fidélité des résultats.
- Limite de détection.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Ce chapitre a pour objet de rappeler à l'opérateur qu'il doit indiquer dans le procès-verbal d'essai

- a) la méthode utilisée, par exemple à l'aide de sa référence officielle ou bibliographique;
- b) les résultats, le mode l'expression des résultats et, éventuellement, la formule de calcul;
- c) les détails particuliers, ainsi que les incidents fortuits, relevés au cours de l'analyse;
- d) les opérations non prévues dans la méthode, ou facultatives.

9 PRÉCAUTIONS

Les produits dont il est connu qu'ils sont dangereux doivent être présentés comme tels au chapitre approprié, c'est-à-dire, normalement, au chapitre 3. En outre, il convient, dans le chapitre 9 convenablement subdivisé, de rassembler l'énoncé de ces dangers, d'en détailler la nature et de préciser les précautions qu'il convient de prendre, ou d'indiquer dans quels ouvrages ces précautions peuvent être trouvées. À titre d'exemple, les subdivisions pourront être les suivantes :

- Toxicité
- Dangers d'explosion
- Radioactivité.

ANNEXE

FORMULES DE CALCUL EN FONCTION DU MODE D'ÉTALONNAGE UTILISÉ

A.1 NORMALISATION INTERNE

$$x_i = \frac{100 \times K_i \times A_i}{\sum K_i \times A_i}$$

où

x_i est la teneur, en pourcentage, de la substance i dans l'échantillon;

K_i est le coefficient de proportionnalité pour la substance i ;

A_i est la mesure du pic déterminée en 6.4.3.

A.3 ÉTALONNAGE EXTERNE

$$x_i = E_i \frac{A_i}{A_E}$$

où

x_i est la teneur de la substance i dans l'échantillon;

E_i est la teneur du composé i dans le mélange synthétique;

A_i est la mesure du pic i sur le chromatogramme de l'échantillon;

A_E est la mesure du pic i sur le chromatogramme du mélange synthétique.

A.4 ÉTALONNAGE ABSOLU

Se reporter aux tables, courbes, abaques, comme indiqué en 6.2.1.4.

A.2 ÉTALONNAGE INTERNE

$$x_i = \frac{100 \times m_E \times A_i \times K_{E,i}}{m \times A_E}$$

où

x_i est la teneur, en pourcentage, de la substance i dans l'échantillon;

m est la masse, en grammes, de l'échantillon;

m_E est la masse, en grammes, de produit connu ajouté;

A_i est la mesure du pic, déterminée selon 6.4.3;

A_E est la mesure du pic du produit connu;

$K_{E,i}$ est le coefficient de proportionnalité relatif au composé i par rapport au produit connu; $K_{E,i} = A'_E / m'_E$ est déterminé séparément à partir d'une masse connue (m'_E) de produit connu à laquelle correspond une mesure de pic A'_E .

A.5 ÉTALONNAGE PAR ADDITION

$$x_i = \frac{100 \times A_{i,1} \times m_i}{m \times [A_{i,2} - A_{i,1} (A_{i,2}/A_{i,1})]}$$

où

x_i est la teneur en pourcentage de la substance i dans l'échantillon;

$A_{i,1}$ est la mesure du pic i sur le chromatogramme de l'échantillon;

$A_{i,2}$ est la mesure du pic i sur le chromatogramme de m grammes d'échantillon, avec addition de m_i grammes du constituant à doser (mélange témoin);

$A_{j,1}$ est la mesure d'un pic j , voisin du pic i sur le chromatogramme de l'échantillon;

$A_{j,2}$ est la mesure du même pic j sur le chromatogramme de l'échantillon, avec addition (mélange témoin).