



Norme
internationale

ISO 17895

**Peintures et vernis —
Détermination de la teneur en
composés organiques volatils (COV)
— Méthode par chromatographie
en phase gazeuse avec injection
dans l'espace de tête pour la
détermination des COV**

**Deuxième édition
2024-08**

*Paints and varnishes — Determination of volatile organic
compound (VOC) — Gas-chromatographic method with
headspace injection for VOC determination*

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

[ISO 17895:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/117b5cdf-0b57-45d6-b3c6-21e39a03b76e/iso-17895-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/117b5cdf-0b57-45d6-b3c6-21e39a03b76e/iso-17895-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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	2
4 Principe	3
5 Informations requises	4
6 Appareillage	4
7 Réactifs	5
8 Mode opératoire	6
8.1 Nombre de déterminations	6
8.2 Préparation des échantillons	6
8.2.1 Généralités	6
8.2.2 Dilution de l'échantillon d'origine	6
8.2.3 Préparation des échantillons pour essai en vue de l'analyse sans ajouts dosés multiples	6
8.2.4 Préparation des échantillons pour essai en vue de l'analyse avec ajouts dosés multiples	7
8.3 Analyse	7
8.3.1 Généralités	7
8.3.2 Injecteur à espace de tête	7
8.3.3 Chromatographe en phase gazeuse	8
8.3.4 Détermination du point final d'intégration	8
9 Évaluation	9
10 Calculs	9
10.1 Généralités	9
10.2 Méthode 1 : teneur en COV, en pourcentage en masse, du produit « prêt à l'emploi »	9
10.3 Méthode 2 : teneur en COV, en grammes par litre, du produit « prêt à l'emploi »	10
11 Fidélité	11
11.1 Généralités	11
11.2 Limite de répétabilité, <i>r</i>	11
11.3 Limite de reproductibilité, <i>R</i>	12
12 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Chromatogramme en phase gazeuse du mélange de composés de référence et du tétradécane	13
Bibliographie	14

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 139, *Peintures et vernis*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 17895:2005), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes :

- révision technique du document ;
- précisions apportées aux méthodes utilisées ;
- mise à jour des références normatives.

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 de la teneur en composés organiques volatils (COV) — Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec injection dans l'espace de tête pour la détermination des COV

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer la mise en œuvre de produits, de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. Le présent document ne prétend pas couvrir tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe aux utilisateurs du présent document de prendre des mesures appropriées pour assurer la santé et la sécurité du personnel avant l'application du document, et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction éventuelle.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie l'échantillonnage et les essais relatifs aux produits de peinture à faible teneur en composés organiques volatils (COV) et à leurs matières premières. Le présent document spécifie notamment une méthode par chromatographie en phase gazeuse permettant de déterminer quantitativement la teneur en COV (c'est-à-dire la teneur en composés organiques ayant un point d'ébullition inférieur ou égal à 250 °C) dans des conditions normalisées (101,325 kPa). Cette méthode est applicable à des teneurs en COV comprises entre 0,01 % et 0,1 % en masse.

Le présent document ne s'applique pas à la détermination de la teneur en composés organiques semi-volatils (COSV), laquelle est traitée dans l'ISO 11890-2.

Le présent document ne s'applique pas aux composés organiques volatils et aux composés inorganiques volatils dont la teneur ne peut pas être déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

Le mode opératoire permettant d'identifier la méthode appropriée pour la détermination de la teneur en COV et de la teneur en COSV des produits de peinture et de leurs matières premières est décrit dans l'ISO/TR 5601.

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 2811-1, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 1: Méthode pycnométrique*

ISO 2811-2, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 2: Méthode par immersion d'un corps (plongeur)*

ISO 2811-3, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 3: Méthode par oscillation*

ISO 2811-4, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 4: Méthode du cylindre sous pression*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification 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 volatil

COV

produit organique liquide et/ou solide qui s'évapore spontanément aux conditions ambiantes de température et de pression de l'atmosphère avec laquelle il est en contact

Note 1 à l'article: Concernant l'usage actuel du terme « COV » dans le domaine des *produits de peinture* (3.9), voir *teneur en composés organiques volatils* (3.3).

Note 2 à l'article: Dans certaines réglementations aux États-Unis, le terme « COV » est uniquement utilisé pour les composés qui ont une activité photochimique dans l'atmosphère (voir l'ASTM D3960). Tous les autres composés sont alors définis comme des « composés exemptés ».

[SOURCE: ISO 4618:2023, 3.266, modifié — La Note 3 à l'article a été supprimée.]

3.2

composé organique semi-volatil

COSV

produit organique liquide et/ou solide qui s'évapore spontanément, mais plus lentement qu'un COV, aux conditions ambiantes de température et de pression de l'atmosphère avec laquelle il est en contact

Note 1 à l'article: Concernant l'usage actuel du terme « COSV » dans le domaine des *produits de peinture* (3.9), voir *teneur en composés organiques semi-volatils* (3.4).

[SOURCE: ISO 4618:2023, 3.227]

3.3

teneur en composés organiques volatils

teneur en COV

masse des *composés organiques volatils* (3.1) présents dans un *produit de peinture* (3.9), déterminée dans des conditions spécifiées

Note 1 à l'article: Les propriétés et la quantité des composés à prendre en compte dépendent du domaine d'application du produit de peinture. Pour chaque domaine d'application, les valeurs limites et les méthodes de détermination ou de calcul sont stipulées par des réglementations ou par des accords.

Note 2 à l'article: Si le terme « COV » fait référence aux composés présentant un point d'ébullition maximal défini, les composés pris en compte dans le calcul de la teneur en COV sont ceux ayant un point d'ébullition inférieur ou égal à cette limite ; les composés ayant un point d'ébullition supérieur sont considérés comme des composés organiques *semi-volatils* (3.2) ou non volatils.

[SOURCE: ISO 4618:2023, 3.267, modifié — Dans la Note 1, l'expression « par des règlements » a été remplacée par « par des réglementations » (ne concerne que la version française). La Note 2 à l'article a été ajoutée.]

3.4

teneur en composés organiques semi-volatils

teneur en COSV

masse des *composés organiques semi-volatils* (COSV) (3.2) présents dans un *produit de peinture* (3.9), déterminée dans des conditions spécifiées

Note 1 à l'article: Les propriétés et la quantité des composés à prendre en compte dépendent du domaine d'application du produit de peinture. Pour chaque domaine d'application, les valeurs limites et les méthodes de détermination ou de calcul sont stipulées par des réglementations ou par des accords.

Note 2 à l'article: à l'article : Si le terme « COSV » fait référence aux composés présentant un point d'ébullition maximal et un point d'ébullition minimal définis, les composés pris en compte dans le calcul de la teneur en COSV sont les suivants :

- les composés ayant un point d'ébullition strictement supérieur à la limite inférieure, et ;
- les composés ayant un point d'ébullition inférieur ou égal à la limite supérieure.

Note 3 à l'article: Les composés ayant un point d'ébullition strictement supérieur à la limite supérieure définie pour les COSV sont considérés comme des composés organiques non volatils.

[SOURCE: ISO 4618:2023, 3.228, modifié — Dans la Note 1, l'expression « par des règlements » a été remplacée par « par des réglementations » (ne concerne que la version française). La Note 2 à l'article a été modifiée : elle est structurée différemment. Par ailleurs (ne concerne que la version française), l'expression « les composés considérés comme inclus dans la teneur en COSV » a été remplacée par « les composés pris en compte dans le calcul de la teneur en COSV ».]

3.5 prêt à l'emploi

état d'un produit une fois mélangé conformément aux instructions du fabricant, dans les bonnes proportions, et dilué, si nécessaire, à l'aide de diluants appropriés de sorte qu'il puisse être appliqué selon la méthode approuvée

Note 1 à l'article: Dans le contexte de la présente norme, relative aux émissions de COV, seuls les diluants aqueux entrent en ligne de compte.

3.6 étalon de substitution

composé de pureté connue qui est utilisé pour quantifier les *composés organiques volatils* (3.1) non identifiés

3.7 composé marqueur

composé servant à différencier les *composés organiques volatils (COV)* (3.1) des *composés organiques semi-volatils (COSV)* (3.2), ou les COSV des composés organiques non volatils, si la différenciation doit être réalisée sur la base du *temps de rétention* (3.8)

3.8 temps de rétention

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/117b5cdf-0b57-45d6-b3c6-21e39a03b76e/iso-17895-2024>
tR

3.9 produit de peinture

produit liquide, en pâte ou en poudre qui, appliqué sur un support, forme une couche possédant des qualités protectrices, décoratives et/ou spécifiques

[SOURCE: ISO 4618:2023, 3.48]

4 Principe

Les composés organiques volatils (COV) présents dans une très faible quantité d'échantillon dilué sont soumis à une évaporation complète dans un injecteur à espace de tête et mesurés ensuite par analyse par chromatographie en phase gazeuse, comme suit.

Quelques microlitres de l'échantillon dilué dans une solution tampon sont portés à une température de 150 °C dans un flacon obturé par septum. Après évaporation complète, une partie de la phase vapeur est envoyée dans une colonne capillaire non polaire. Les aires des pics de tous les composants ayant un temps de rétention inférieur à celui du composé marqueur (tétradécane, point d'ébullition à 250 °C) sont intégrées. La méthode des ajouts dosés d'un étalon de substitution à quatre niveaux de concentration est employée pour déterminer la teneur en COV. Le résultat est fondé sur le facteur de réponse de l'étalon de substitution.

La méthode de quantification par étalon externe peut être utilisée dans le cas d'une série d'échantillons ayant la même matrice.

NOTE La détermination de composés individuels présents dans l'échantillon ou d'étalons préparés séparément à partir de produits de peinture ou de leurs matières premières, aussi exempts de COV que possible, peut servir à valider le système analytique.

5 Informations requises

Pour toute application particulière, il convient que les informations requises fassent, de préférence, l'objet d'un accord entre les parties intéressées, ces informations pouvant être issues, en totalité ou en partie, d'une Norme internationale ou nationale ou de tout autre document relatif au produit soumis à l'essai.

La méthode de calcul utilisée doit être indiquée (voir [Article 10](#)).

6 Appareillage

L'appareillage courant de laboratoire et, en particulier, les éléments suivants doivent être utilisés.

6.1 Chromatographe en phase gazeuse (CPG)

6.1.1 Généralités

Toutes les parties de l'instrument en contact avec l'échantillon pour essai doivent être constituées d'un matériau (par exemple du verre) qui résiste à l'échantillon et ne le modifie pas chimiquement.

6.1.2 **Injecteur à espace de tête**, comprenant de préférence un chargeur automatique d'échantillons.

6.1.3 Étuve

L'étuve doit pouvoir être chauffée à une température comprise entre 40 °C et 300 °C, tant en isotherme qu'en programmation de température. Il doit être possible de régler la température de l'étuve à 1 °C près. La température finale du programme de température ne doit pas dépasser la température maximale d'utilisation de la colonne capillaire (voir [6.1.5](#)).

6.1.4 Détecteur

Un détecteur à ionisation de flamme (FID), fonctionnant à des températures comprises entre 230 °C et 300 °C, doit être utilisé pour la quantification des COV. Pour éviter les risques de condensation, la température du détecteur doit être supérieure d'au moins 10 °C à la température maximale de l'étuve. L'alimentation en gaz du détecteur, le volume d'injection, le rapport de division et le réglage du gain doivent être optimisés de sorte que les signaux (aire des pics) utilisés pour le calcul soient proportionnels à la quantité de substance.

6.1.5 Colonne capillaire

Une colonne capillaire non polaire de silice fondue, dont la phase stationnaire est constituée pour 95 % à 100 % de diméthylsilicone et pour 5 % à 0 % de phénylsilicone chimiquement liés à la colonne, doit être utilisée.

NOTE Un essai interlaboratoires a montré que des colonnes capillaires d'une longueur de 30 m et d'un diamètre interne de 0,32 mm revêtues d'un film constitué à 95 % de diméthylsilicone et à 5 % de phénylsilicone (film d'une épaisseur d'environ 1 µm) conviennent pour l'essai.

6.1.6 Filtres à gaz

Des filtres doivent être installés dans les conduites de raccordement du chromatographe en phase gazeuse pour adsorber les impuretés restant dans les gaz (voir [6.1.7](#)).

6.1.7 Gaz

6.1.7.1 Gaz vecteur : hélium, azote ou hydrogène sec et exempt d'oxygène, ayant une pureté d'au moins 99,996 % en volume.

6.1.7.2 Gaz détecteurs, hydrogène ayant une pureté d'au moins 99,999 % en volume et air purifié ou synthétique exempt de composés organiques.

6.1.8 Traitement des données

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

6.2 Seringue graduée en microlitres, d'une capacité de 50 µl.

6.3 Seringue en plastique jetable, d'une capacité de 2 ml.

6.4 Flacons obturables par septum, d'une capacité d'environ 20 ml avec septum en caoutchouc butyle ou siliconé revêtu de polytétrafluoroéthylène (PTFE). Les conditions d'essais spécifiées dans le présent document entraînant des pressions relativement élevées dans les flacons, il faut veiller à ce que ceux-ci soient hermétiquement bouchés.

6.5 Fiole jaugée, d'une capacité de 1 l.

6.6 Balance analytique, d'une précision de 0,1 mg.

7 Réactifs

7.1 Eau déminéralisée, de qualité 1 conformément à l'ISO 3696.

L'eau déminéralisée est sujette à la contamination microbienne. Il convient d'utiliser une eau déminéralisée présentant une faible contamination microbienne [unités formant colonie (UFC) < 100] ou de vérifier qu'une contamination microbienne, le cas échéant, est sans effet sur le résultat des mesures. Le formaldéhyde utilisé comme agent de préservation peut éventuellement réagir avec des micro-organismes.

7.2 Étalon de substitution

L'étalon de substitution à utiliser est un mélange des composés de référence représentatifs suivants :

- éther monobutylique du diéthylèneglycol ;
- acétate d'éther monobutylique du diéthylèneglycol ;
- butanol ;
- acrylate de butyle ;
- acrylate de 2-éthylhexyle ;
- styrène ;
- acétate de vinyle.

À l'aide de la balance analytique (6.6), peser, à 1 mg près, environ 1 g de chacun des composés de référence dans un flacon obturable par septum, en ajoutant les composés à point d'ébullition élevé avant ceux à faible point d'ébullition. Reboucher après l'adjonction de chaque composé de référence. Ajouter au mélange environ

5 mg à 10 mg d'inhibiteur de polymérisation (7.5) (de façon à obtenir une concentration d'environ 1 000 mg/kg d'inhibiteur de polymérisation).

NOTE Durant l'opération de pesage, l'évaporation des substances très volatiles peut être réduite si les composés de référence sont prérefroidis et prélevés à la pipette.

Un exemple de chromatogramme de la solution mère de composés de référence est illustré à la [Figure A.1](#).

7.3 Composé marqueur

Le n-tétradécane, utilisé comme composé marqueur, caractérise la limite supérieure de la plage de COV. Son temps de rétention définit le point final de l'intégration pour la détermination des COV.

7.4 Tampon de citrate, pH 5,0, disponible prêt à l'emploi dans le commerce ou à préparer en interne en mélangeant, dans une fiole jaugée de 1 l, 20,265 g d'acide citrique et 7,840 g d'hydroxyde de sodium et en complétant au volume d'un litre avec de l'eau déminéralisée (7.1) à 20 °C.

7.5 Inhibiteur de polymérisation, 2,6-di-tert-butyl-4-méthylphénol ou acide de sel de sodium hydrate de l'acide *N,N*-diméthylthiocarbamique.

8 Mode opératoire

8.1 Nombre de déterminations

Procéder à une triple détermination sur l'échantillon pour essai sans ajouts dosés (voir 8.2.3) et sur chacun des quatre échantillons pour essai contenant des ajouts dosés (voir 8.2.4).

8.2 Préparation des échantillons

8.2.1 Généralités

La préparation des échantillons consiste à diluer l'échantillon (voir 8.2.2) et à préparer les échantillons pour essai avec des ajouts dosés (voir 8.2.4) et sans ajouts dosés (voir 8.2.3).

Procéder rapidement à la préparation des échantillons étant donné que l'échantillon d'origine dilué avec le tampon de citrate a tendance à former du sérum et que des pertes peuvent se produire avec la volatilisation des composés individuels.

La [Figure 1](#) est un diagramme illustrant le plan de préparation des échantillons.

8.2.2 Dilution de l'échantillon d'origine

Peser 10 g de l'échantillon d'origine et 10 g de tampon de citrate (7.4), à 0,1 g près, dans un flacon de 20 ml obturable par septum (6.4) ; fermer le flacon et mélanger.

8.2.3 Préparation des échantillons pour essai en vue de l'analyse sans ajouts dosés multiples

Agiter vigoureusement le flacon obturé par septum contenant l'échantillon dilué (préparé comme indiqué en 8.2.2). Retirer immédiatement tout excès de vapeur en perforant le septum à l'aide d'une seringue jetable de 2 ml (6.3). Pour l'analyse, peser, à 0,1 mg près, des parties aliquotes de (15 ± 3) mg dans chacun des trois flacons (6.4) et fermer immédiatement ces derniers.

NOTE Avec des échantillons pour essai de masse initiale plus élevée, des erreurs peuvent intervenir dans les résultats en raison de l'augmentation de la pression.