NORME INTERNATIONALE

ISO 15009

Troisième édition
2016-02-15

Qualité du sol — Détermination par chromatographie en phase gazeuse des teneurs en hydrocarbures aromatiques volatils, en naphtalène et en hydrocarbures halogénés volatils — Méthode par purge et piégeage avec désorption thermique

Soil quality — Gas chromatographic determination of the content of volatile aromatic hydrocarbons, naphthalene and volatile halogenated hydrocarbons — Purge-and-trap method with thermal desorption

Numéro de référence
ISO 15009:2016(F)

© ISO 2016



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**

1 Domaine d'application **1**

2 Références normatives **1**

3 Principe **2**

4 Réactifs **2**

4.1 Eau, exempte d'hydrocarbures aromatiques volatils et d'hydrocarbures halogénés volatils 2

4.2 Étalons internes 3

4.3 Composés étalons 3

4.3.1 Hydrocarbures aromatiques volatils 3

4.3.2 Hydrocarbures halogénés volatils 4

4.4 Méthanol 4

4.5 Agent d'adsorption 4

4.6 Eau de refroidissement, pour la purge et le piégeage 5

4.7 Gaz inerte, pour le chromatographe en phase gazeuse 5

4.8 Azote ou hélium, utilisé comme gaz inerte pour le dispositif de purge 5

4.9 Solutions étalons 5

4.9.1 Solutions étalons mères, pour composés aromatiques et halogénés volatils dans du méthanol, 4 g/l 5

4.9.2 Solutions étalons internes dans du méthanol, 4 g/l 5

4.9.3 Solutions d'étalonnage 5

4.10 Méthanol contenant des étalons internes 6

5 Appareillage **6**

6 Échantillonnage, conservation et traitement préliminaire des échantillons **8**

6.1 Généralités 8

6.2 Échantillonnage par la méthode de flacons préremplis de méthanol 8

6.3 Échantillonnage par la méthode du tube de carottage 8

7 Mode opératoire **9**

7.1 Détermination à blanc 9

7.2 Extraction 9

7.3 Purge et piégeage 9

7.4 Analyse par chromatographie en phase gazeuse 10

7.4.1 Conditions d'analyse par chromatographie en phase gazeuse 10

7.4.2 Étalonnage 11

7.4.3 Mesurage 12

8 Calcul **12**

8.1 Calcul de la concentration d'un composé volatil dans un échantillon d'eau 12

8.2 Calcul de la concentration d'un composé volatil dans l'échantillon de sol 13

9 Expression des résultats **13**

10 Fidélité **14**

11 Rapport d'essai **14**

Annexe A (informative) **Temps de rétention relatifs par rapport à l'éthylbenzène-D10 des hydrocarbures aromatiques volatils et des hydrocarbures halogénés volatils sur les colonnes suivantes: CP-Sil 5 CB et CP-Sil 13 CB** **15**

Annexe B (normative) **Vérification des étalons internes** **17**

Annexe C (informative) **Validation** **18**

Annexe D (informative) **Informations sur les instruments de purge et de piégeage** **21**

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos - Informations supplémentaires

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 15009:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Qualité du sol — Détermination par chromatographie en phase gazeuse des teneurs en hydrocarbures aromatiques volatils, en naphtalène et en hydrocarbures halogénés volatils — Méthode par purge et piégeage avec désorption thermique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination quantitative par chromatographie en phase gazeuse des hydrocarbures aromatiques volatils, du naphtalène et des hydrocarbures halogénés volatils contenus dans les sols.

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

NOTE En cas de sols tourbeux insaturés, une absorption de la solution d'extraction peut avoir lieu.

La limite inférieure de détermination quantitative dépend du matériel utilisé et de la qualité du méthanol utilisé pour l'extraction de l'échantillon de sol.

Dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale, les limites de détermination quantitative suivantes (exprimées par rapport à la matière sèche) s'appliquent:

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

— Hydrocarbures aromatiques volatils: 0,1 mg/kg

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

— Hydrocarbures halogénés volatils: 0,01 mg/kg

Des limites de détermination quantitative plus faibles peuvent être atteintes pour certains composés si l'on utilise la spectrométrie de masse (SM) avec détection sélective des ions.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 4799, *Verrerie de laboratoire — Réfrigérants*

ISO 10381-1, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*

ISO 10381-2, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 2: Lignes directrices pour les techniques d'échantillonnage*

ISO 10381-5, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 5: Lignes directrices pour la procédure d'investigation des sols pollués en sites urbains et industriels*

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

© ISO 2016 – Tous droits réservés

ISO 15680, *Qualité de l'eau — Dosage par chromatographie en phase gazeuse d'un certain nombre d'hydrocarbures aromatiques monocycliques, du naphtalène et de divers composés chlorés par dégazage, piégeage et désorption thermique*

ISO 18512, *Qualité du sol — Lignes directrices relatives au stockage des échantillons de sol à long et à court termes*

ISO 22892, *Qualité du sol — Lignes directrices pour l'identification de composés cibles par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse*

3 Principe

Les échantillons pour essai sont prélevés dans un échantillon de sol brut non traité. Pour éviter les pertes de matières volatiles, les échantillons sont prélevés à l'aide d'un tube de carottage en perturbant le moins possible les conditions du sol ou en ajoutant immédiatement du méthanol sur le terrain.

L'échantillon pour essai est extrait à l'aide de méthanol. Après centrifugation, si nécessaire, une partie de l'extrait de méthanol est placée dans un récipient de purge rempli d'eau. Les composés volatils sont entraînés avec de l'azote ou de l'hélium et adsorbés par un agent d'adsorption approprié. Une désorption thermique des composés adsorbés est effectuée, puis ils sont dirigés vers un chromatographe en phase gazeuse au moyen d'un courant de gaz vecteur, directement ou par l'intermédiaire d'un piège cryogénique. Les différents composés sont ensuite séparés à l'aide d'une colonne capillaire avec une phase stationnaire de faible polarité. Les composés organiques volatils sont détectés avec des détecteurs appropriés, comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). L'identification et la quantification des composés sont réalisées par comparaison des temps de rétention et des hauteurs de pics (ou des aires de pics) avec ceux d'un étalon interne et ceux d'une solution étalon externe. L'efficacité du mode opératoire dépend de la composition du sol examiné. Le mode opératoire décrit ne prend pas en considération l'extraction incomplète causée par la structure et la composition de l'échantillon de sol.

Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, il convient de confirmer l'identité des composés détectés et leur concentration en répétant l'analyse chromatographique en phase gazeuse sur une colonne de polarité différente. Si l'on utilise le couplage chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM), la confirmation d'identité et la quantification peuvent se faire en une seule opération.

NOTE La présente Norme internationale suit la description d'une « méthode de purge et de piégeage hors ligne ». Les instruments en ligne vendus dans le commerce peuvent être utilisés si des résultats équivalents sont obtenus au cours de leur validation. Avec un tel instrument, la purge et le piégeage s'effectuent en ligne avec la chromatographie en phase gazeuse et la détection. Suivre le manuel du fabricant particulièrement en ce qui concerne les éléments listés en 5.2.1 à 5.2.9.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Vérifier que les réactifs sont utilisables pour l'objectif visé et exempts de composés interférents.

4.1 Eau, exempte d'hydrocarbures aromatiques volatils et d'hydrocarbures halogénés volatils

On utilise généralement de l'eau ayant été chauffée à au moins 80 °C et préparée la veille. Pour éliminer les composés interférents de l'eau, il est également possible de purger à l'aide d'un gaz inerte, par exemple à un débit d'azote de 10 ml/min pendant 30 min. Il convient de disposer d'une quantité d'eau suffisante du même lot pour compléter chaque lot d'analyses, y compris toutes les préparations.

© ISO 2016 – Tous droits réservés