
**Qualité de l'eau — Dosage de certains
agents organiques de traitement des
plantes — Méthode automatisée par
développement multiple (ADM)**

*Water quality — Determination of selected organic plant-treatment
agents — Automated multiple development (AMD) technique*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 11370:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ed6dd89-348a-4d5b-ab0b-f09e52b51ba/iso-ts-11370-2000>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 11370:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ed6dd89-348a-4d5b-ab0b-f0f9e52b51ba/iso-ts-11370-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Version française parue en 2001

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Interférences	2
4 Principe	3
5 Réactifs	3
6 Appareillage	4
7 Échantillonnage et échantillons	5
8 Mode opératoire	5
9 Étalonnage	15
10 Évaluation	18
11 Expression des résultats	19
12 Rapport d'essai	19
13 Données de fidélité	19

Annexes

A Essai interlaboratoires	20
A.1 Compilation des rendements	20
A.2 Informations relatives à l'essai interlaboratoires	20
B Compilation des taux de rendement	22
Bibliographie.....	23

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 11370:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ed6dd89-348a-4d5b-ab0b-109c52b51ba/iso-ts-11370-2000>

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents normatifs:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Les ISO/PAS et ISO/TS font l'objet d'un nouvel examen tous les trois ans afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ed6dd89-348a-4d5b-ab0b-ISO/TS 11370:2000>

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Spécification technique 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.

L'ISO/TS 11370 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Les annexes A et B de la présente Spécification technique sont données uniquement à titre d'information.

Qualité de l'eau — Dosage de certains agents organiques de traitement des plantes — Méthode automatisée par développement multiple (ADM)

1 Domaine d'application

La méthode décrite dans la présente Spécification technique est applicable au dosage de certains agents de traitement des plantes et de certains de leurs principaux produits de dégradation (métabolites) dans l'eau destinée à la consommation humaine pour une concentration limite validée supérieure à environ 0,05 µg/l (voir des exemples au Tableau 1). La méthode peut être étendue à d'autres types de substances et à l'eau souterraine, sous réserve que la méthode soit validée pour chaque cas particulier.

Le choix des agents de traitement des plantes et des principaux produits de dégradation figurant au Tableau 1 et au Tableau A.2 a été arrêté en fonction des connaissances acquises au moment de l'essai interlaboratoires (1992). Des données relatives à d'autres substances sont données dans l'annexe A.

Tableau 1 — Agents de traitement des plantes qu'il est possible de déterminer par la présente méthode

Nom	Formule moléculaire	N° CAS ^a	Masse molaire g/mol	Pic dans Figure n°						
				1	2	3	4	5	6	7
Alachlore ^b	C ₁₄ H ₂ OCINO ₂	015972-60-8	269,8	6				6		
Atrazine	C ₈ H ₁₄ CIN ₅	001912-24-9	215,7	2				4		
Chlorfenvinphos ^b	C ₁₂ H ₁₄ Cl ₃ O ₄ P	000470-90-6	359,6	5				3		
Chlortoluron ^b	C ₁₀ H ₁₃ CIN ₂ O	015545-48-9	212,7	1						3
Cyanazine ^b	C ₉ H ₁₃ CIN ₆	021725-46-2	240,7				1			4
2,4-D	C ₈ H ₆ Cl ₂ O ₃	000094-75-7	221,0	4				1		
MCPA ^b	C ₉ H ₉ ClO ₃	000094-74-6	200,6				2	2		
Métazachlore	C ₁₄ H ₁₆ CIN ₃ O	067129-08-2	277,8			3				5
Métobromuron	C ₉ H ₁₁ BrN ₂ O ₂	003060-89-7	259,1			5				6
Métolachlore ^b	C ₁₅ H ₂₂ CINO ₂	051218-45-2	283,8			4				7
Métoxuron	C ₁₀ H ₁₃ CIN ₂ O ₂	019937-59-8	228,7			1				1
Monuron ^b	C ₉ H ₁₁ CIN ₂ O	000150-68-5	198,7			2				2
Parathion ^b	C ₁₀ H ₁₄ NO ₅ PS	000056-38-2	291,3	7				7		
Pendiméthaline	C ₁₃ H ₁₉ N ₃ O ₄	040487-42-1	281,3		6				6	
Propazine ^b	C ₉ H ₁₆ CIN ₅	000139-40-2	229,7	3				5		
Sébuthylazine ^b	C ₉ H ₁₆ CIN ₅	007286-69-3	229,7		2				3	
Simazine	C ₇ H ₁₂ CIN ₅	000122-34-9	201,7		1				2	
2,4,5-T ^b	C ₈ H ₅ Cl ₃ O ₃	000093-76-5	255,5		4				1	
Terbutylazine ^b	C ₉ H ₁₆ CIN ₅	005915-41-3	229,7		3				4	
Trifluraline ^b	C ₁₃ H ₁₆ F ₃ N ₃ O ₄	001582-09-8	335,3	8				8		
Vinclozoline ^b	C ₁₂ H ₉ Cl ₂ NO ₃	050471-44-8	286,1		5				5	

^a N° CAS: Numéro de registre dans le Chemical Abstracts.

^b Non inclus dans les données de fidélité (Tableau A.2).

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Spécification technique. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Spécification technique sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*.

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage*.

ISO 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons*.

ISO 8466-1:1990, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*.

ISO 8466-2:1993, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré*.

ISO/TR 13530:1997, *Qualité de l'eau — Guide de contrôle qualité analytique pour l'analyse de l'eau*.

3 Interférences

ISO/TS 11370:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ed6dd89-348a-4d5b-ab0b-f09e52b51ba/iso-ts-11370-2000>

3.1 Interférences lors de l'extraction

Les matériaux RP-C18 disponibles dans le commerce sont souvent de qualité variable. Des différences considérables d'un lot à l'autre en ce qui concerne la qualité et la sélectivité de ce matériau sont possibles, même si les lots proviennent du même fabricant. Le rendement peut varier en fonction de la concentration. Les substances coextraites éluées à partir du matériau d'adsorption peuvent affecter le blanc et le rendement. L'étalonnage et l'analyse doivent donc être effectués exactement sur le même lot d'adsorbant. Tout matériau absorbant le rayonnement UV, présent dans l'eau analysée et qui présente une distance de migration identique à celle de l'étalon de référence est également susceptible d'interférer. Les matières en suspension présentes dans l'échantillon d'eau peuvent boucher le garnissage. Dans ce cas, l'échantillon d'eau doit être filtré à travers un filtre en fibre de verre avant la phase d'extraction.

Si l'échantillon d'eau a été acidifié à pH 2, des substances humiques sont également extraites. Elles peuvent interférer avec la détermination.

3.2 Interférences avec le mesurage HPTLC

Une atmosphère de laboratoire contaminée peut créer des interférences dues à une contamination non contrôlée de la couche HPTLC. Des solutions très concentrées peuvent se cristalliser au cours de l'application de l'échantillon, donnant lieu à une quantification incorrecte. Un défaut du vide AMD entraînera une résolution de qualité médiocre.

Les substances qui absorbent aux longueurs d'ondes choisies pour la détection et dont les distances de migration sont identiques à celles des composés recherchés interféreront lors de la détermination. Il faut particulièrement en tenir compte lors de l'examen d'échantillons d'eau autres que les échantillons d'eau souterraine ou d'eau potable.

4 Principe

Les substances présentes dans l'échantillon d'eau sont extraites par extraction solide-liquide sur le matériau RP-C18 (RP = phase inverse), éluées à l'aide d'un solvant puis séparées par chromatographie en couche mince à haute performance (HPTLC) au moyen de la technique automatisée par développement multiple (AMD). La détection et la détermination sont réalisées par mesurage de réflexion diffuse in situ à différentes longueurs d'onde UV.

5 Réactifs

L'eau, les solvants et les réactifs doivent être de pureté suffisante (par exemple de qualité analytique, de qualité HPTLC ou de qualité AMD) et, dans la mesure du possible, ne doivent contenir aucune substance mesurable absorbant les UV pouvant interférer avec les composés recherchés.

5.1 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ (par exemple).

5.2 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ (par exemple).

5.3 Solution d'ammoniac, $w(\text{NH}_3) = 25 \%$.

5.4 Gaz, pour sécher et conditionner la plaque HPTLC dans le système AMD et pour l'évaporation; par exemple azote de haute pureté.

5.5 Acide formique, $w(\text{HCOOH}) = 98 \%$ à 100% .

5.6 Solvants, par exemple acétone, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$; acétonitrile, CH_3CN ; dichlorométhane, CH_2Cl_2 ; 3,3-diméthyle-2-oxabutane, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$; acétate d'éthyle, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$; hexane, C_6H_{14} ; méthanol, CH_3OH ; 2-propanol, $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$.

AVERTISSEMENT — Ces solvants sont toxiques. Des précautions doivent être prises lors de leur manipulation.

ISO/TS 11370:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ed6dd89-348a-4d5b-ab0b-1b9c2b51ba/iso-ts-11370-2000>

5.7 Matériau adsorbant RP-C18, pour l'extraction en phase solide. Pour la qualité et la sélectivité du matériau, voir 3.1.

NOTE Il est possible d'utiliser d'autres adsorbants solides, si les performances sont comparables à celles obtenues avec ce matériau et s'il a été prouvé qu'ils conviennent selon 3.1.

5.8 Étalons de référence (voir Tableau 1), de haute pureté, ou matériaux certifiés.

5.9 Solutions individuelles des étalons de référence.

Placer par exemple 50 mg des étalons de référence (5.8), dans une fiole jaugée de 100 ml. Dissoudre dans du méthanol ou dans tout autre solvant (5.6) et compléter au volume avec le solvant.

NOTE La simazine n'est que faiblement soluble dans l'acétonitrile.

Conserver les solutions à environ 4°C , à l'abri de la lumière. Elles sont stables pendant au moins 1 mois, selon le composé recherché. Pour une utilisation prolongée, vérifier régulièrement par comparaison avec une solution étalon indépendante et de préférence certifiée.

La solution de vinclozoline doit être préparée de nouveau tous les deux jours.

5.10 Solution mère.

À titre d'exemple, introduire, à l'aide d'une pipette, 1 ml de chacune des solutions de substances individuelles (5.9) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec du méthanol ou avec tout autre solvant (5.6).

Conserver les solutions à environ 4°C , à l'abri de la lumière. Elles sont stables pendant au moins 1 mois, selon le composé recherché.

5.11 Solution de référence pour l'étalonnage multipoint.

Préparer la solution par une dilution adéquate de la solution mère (5.10), par exemple $\rho_i = 10 \text{ ng}/\mu\text{l}$.

Conserver la solution à environ 4 °C, à l'abri de la lumière. Elle est stable pendant au moins 1 semaine.

5.12 Solutions de référence pour la détermination du rendement.

Préparer la solution par une dilution adéquate de la solution mère (5.10), par exemple $\rho_i = 20 \text{ ng/ml}$ à 200 ng/ml.

Conserver la solution à environ 4 °C, à l'abri de la lumière. Elle est stable pendant au moins 1 semaine.

5.13 Plaques HPTLC préenduites, avec gel de silice 60, de dimensions 20 cm × 10 cm et ayant, de préférence, une épaisseur de couche de 100 m, avec indicateur de fluorescence.

La plaque doit être prélavée avant utilisation (voir 8.5.2).

6 Appareillage

Le matériel, ou les parties du matériel susceptibles d'entrer en contact avec l'échantillon ou son extrait, doivent être exempts de résidus pouvant être à l'origine d'interférences inacceptables dans les blancs. Il est recommandé d'utiliser du verre, de l'acier inoxydable ou du polytétrafluoroéthylène (PTFE), et également du polypropylène pour les cartouches.

6.1 Fioles ou flacons à fond plat, pour échantillonnage, de préférence en verre brun, par exemple de 1 000 ml et 2 000 ml de capacité, avec bouchons en verre rodé ou bouchons à vis garnis de polytétrafluoroéthylène.

6.2 Éprouvettes graduées, par exemple de 500 ml et 1 000 ml de capacité.

6.3 Fioles jaugées, par exemple de 10 ml, 25 ml, 50 ml et 100 ml de capacité.

6.4 pH-mètre.

6.5 Dispositif à vide ou à surpression, pour l'enrichissement de l'échantillon et la concentration des extraits.

6.6 Cartouches, en polypropylène ou en verre (par exemple de 9 mm de diamètre interne et de 8 cm de longueur), remplies de matériau RP-C18, ou cartouches préremplies disponibles dans le commerce.

6.7 Récipients en verre avec bouchon, pour recueillir et évaporer les éluats (par exemple fioles graduées ou récipients d'échantillonnage à fond conique, de 5 ml de capacité).

6.8 Filtre en fibre de verre borosilicaté, de diamètre compris entre 0,75 μm et 1,5 μm , avec un liant inorganique.

6.9 Matériel pour l'évaporation des éluats, par exemple évaporateur rotatif avec stabilisateur de vide et bain d'eau thermostaté, ou dispositif d'évaporation du solvant à l'azote.

6.10 Microseringues, par exemple de 100 μl , 250 μl et 1 000 μl de capacité, pour la préparation de la solution de référence et pour les ajouts du solvant destiné à la redissolution du résidu résultant de l'évaporation des éluats.

6.11 Enceinte TLC, pour laver les plaques HPTLC.

6.12 Dispositif de chauffage, approprié au séchage des plaques HPTLC (par exemple plaque chaude thermostatée).

Une étuve à recirculation d'air forcée n'est pas appropriée à cet effet.

6.13 Dessiccateur, pour conserver les plaques HPTLC préalablement lavées et séchées.

6.14 Applicateur, pour appliquer la solution en bande sur les plaques HPTLC.

6.15 Système AMD, avec pompe à vide.

6.16 Détecteur UV, pour mesurer et évaluer les chromatogrammes en couche mince, de préférence commandé par ordinateur et relié à un traceur multicouleur.

Les mesurages effectués à une valeur inférieure à $\lambda = 200$ nm nécessitent d'utiliser un appareil équipé d'un photomultiplicateur, adapté particulièrement aux mesurages à $\lambda = 190$ nm. Balayer le boîtier du monochromateur à l'aide d'azote.

7 Échantillonnage et échantillons

Afin d'éviter les interférences, recueillir les échantillons selon les indications données ci-dessous et conformément à l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-2 ou l'ISO 5667-3.

Utiliser des flacons à fond plat (6.1), soigneusement nettoyés, de préférence en verre brun. Rincer les flacons avec l'eau à analyser. Faire subir le même traitement aux bouchons en verre rodé ou aux bouchons garnis de PTFE.

Remplir les flacons à ras bord avec l'eau à analyser.

Transporter l'échantillon refroidi à l'abri de la lumière.

Extraire les substances des échantillons d'eau dès que possible après le prélèvement.

Si la conservation des échantillons d'eau est inévitable, les conserver à $+ 4$ °C à l'abri de la lumière ou les congeler dans des récipients adéquats à environ -18 °C. Des bouteilles en verre à moitié remplies, scellées dans des sacs en polyéthylène, se sont révélées appropriées.

NOTE Si les échantillons sont conservés à environ $+ 4$ °C pendant plus de 3 jours, des pertes de la substance à analyser peuvent se produire.

8 Mode opératoire

8.1 Exigences générales

Les mêmes conditions (par exemple quantité de matériau adsorbant, type de cartouche, conditionnement, volume d'échantillon et débit, étapes d'élution et volumes) doivent être utilisées pour tous les échantillons d'un lot, y compris le mode opératoire pour les échantillons visant à obtenir le rendement.

De faibles rendements peuvent avoir pour origine une quantité insuffisante d'adsorbant RP-C18 ou un volume insuffisant de méthanol aux étapes de conditionnement ou d'élution. Avant l'analyse, il convient que ces conditions soient vérifiées et optimisées au sein de chaque laboratoire. Pour des rendements courants, voir l'annexe A.

8.2 Conditionnement du matériau RP-C18

Pour un échantillon d'eau de 1 000 ml, placer 1 g à 2 g de matériau RP-C18 (5.7) dans la cartouche ou la colonne en verre, ou utiliser un dispositif adéquat disponible dans le commerce.

NOTE Pour des substances plus polaires, par exemple les métabolites, une concentration de 1 g de RP-C18 pour un volume d'échantillon de 1 000 ml donne de mauvais rendements.

Rincer le matériau RP-C18 dans la cartouche ou la colonne en verre avec cinq fois son volume de solvant éluant (5.6).

Le laver à nouveau avec de l'eau (voir article 5) (utiliser une quantité équivalant à cinq fois son volume) et utiliser le matériau vecteur humide pour l'extraction.

L'adsorbant doit rester humide.

8.3 Extraction

Si nécessaire, éliminer les matières en suspension par filtration sur un filtre en fibre de verre et l'indiquer dans le rapport final.

En cas de filtration, utiliser des échantillons dopés afin de vérifier que le rendement n'est pas influencé par cette étape supplémentaire.

Mesurer l'échantillon d'eau à analyser, par exemple 1 000 ml, ajuster le pH à une valeur comprise entre 6 et 8, soit à l'aide d'acide chlorhydrique (5.1), soit à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (5.2).

Lorsqu'il s'agit de déterminer des composés acides, ajuster le pH à une valeur comprise entre 1,5 et 2 à l'aide d'acide chlorhydrique (5.1) immédiatement avant l'étape d'enrichissement.

NOTE Certains agents de traitement des plantes risquent d'être détruits par un ajustement du pH (par exemple vinclozoline, parathion).

Faire passer les échantillons d'eau à travers 1 g d'adsorbant à un débit compris entre 3 ml/min et 15 ml/min. Pour une quantité d'adsorbant de 2 g, il convient que le débit ne dépasse pas 25 ml/min. Réguler le débit en ajustant respectivement le vide ou la surpression.

Sécher l'adsorbant, par exemple dans un courant d'air ou d'azote (pendant au moins 45 min à un débit de 200 ml/min d'azote ou d'air, à température ambiante).

Le degré de siccité peut fortement affecter le rendement. L'analyste doit par conséquent optimiser cette étape de séchage.

8.4 Éluion et enrichissement

Éluer en utilisant au moins 2 ml de solvant par gramme d'adsorbant. Il est admis d'utiliser, par exemple, les solvants suivants: méthanol, acétonitrile, acétate d'éthyle, *n*-hexane. Éluer comme suit.

Introduire la moitié de la quantité appropriée de l'éluant dans la colonne ou la cartouche et éluer dans un récipient en verre à fond conique.

Ajouter, au bout de 15 min environ, le reste de l'éluant et recueillir l'éluat dans le même récipient en verre que précédemment.

Transférer dans le récipient le solvant résiduel restant sur l'adsorbant au moyen du vide ou d'une surpression.

Concentrer soigneusement l'éluat, par exemple par évaporation sous un courant d'azote à une température d'environ 35 °C, ou à l'aide d'un évaporateur rotatif sous pression réduite à environ 30 °C. Il est également possible d'évaporer jusqu'à sec.

Dissoudre le résidu et compléter à un volume défini, par exemple avec 200 µl de méthanol ou d'un autre solvant. Un traitement aux ultrasons peut aider à redissoudre les substances.

En cas de détermination de trifluraline, la cartouche séchée doit tout d'abord être éluee avec du *n*-hexane comme spécifié. Une seconde éluion est ensuite réalisée, par exemple avec du méthanol. Les éluats de *n*-hexane et de méthanol sont recueillis dans deux récipients en verre différents, évaporés jusqu'à un faible volume et analysés séparément. La température d'évaporation du *n*-hexane étant basse, ceci permet de réduire les pertes de trifluraline.

8.5 Chromatographie en couche mince à haute performance (HPTLC-AMD)

8.5.1 Exigences générales

Installer l'appareil conformément aux instructions du fabricant avant de commencer l'analyse. Veiller à ce que le bruit de fond du signal et la dérive de la ligne de base soient suffisamment faibles.

8.5.2 Purification des plaques

Laver soigneusement les plaques HPTLC (5.13) avant utilisation, par exemple en les immergeant complètement dans du propanol-2 pendant au moins 1 h.

Sécher à environ 100 °C pendant au moins 30 min et conserver les plaques dans une enceinte fermée jusqu'à leur utilisation, recouvertes d'une plaque en verre propre (dessiccateur).

8.5.3 Application de l'éluat

Appliquer sur la plaque HPTLC 20 µl à 150 µl d'éluat concentré (voir 8.4), de préférence en bandes de 7 mm de longueur. La distance depuis le bord inférieur de la plaque doit être de 8 mm. La distance entre les bandes doit être de 3 mm. La distance entre le bord gauche et le bord droit de la plaque est généralement d'au moins 20 mm.

Sécher soigneusement les zones d'application, par exemple dans un courant d'air ambiant.

Il est recommandé et utile d'appliquer plusieurs solutions diluées. Pour éviter les effets de surcharge, les éluats peuvent être pulvérisés en portions de trois bandes par exemple, parallèles les unes aux autres et espacées de 2 mm.

8.5.4 Chromatographie

Placer la plaque HPTLC dans la chambre de séparation et lancer le programme, en fixant par exemple dix passages en 0,8 min, puis réaliser 23 cycles, vider le mélangeur après le 15^{ème} passage. (La durée du développement des cycles successifs est: 1,1; 1,4; 1,9; 2,4; 3,0; 3,6; 4,1; 5,1; 5,8; 6,6; 7,4; 8,3; 9,3; 10,3; 11,2; 12,2; 13,3; 14,4; 15,4; 16,6; 17,6; 18,5; 22,2. Choisir, comme temps de séchage entre chaque passage, 1 min à 4 min selon l'épaisseur de la couche de la plaque HPTLC et la qualité du vide. Un temps de séchage plus long peut être nécessaire pour le dernier passage, par exemple 10 min pour le 3,3-diméthyle-2-oxabutane, afin d'éviter l'étalement de la zone. Avant chaque passage, la couche est conditionnée avec, par exemple, de l'azote.)

Il est admis de choisir l'un des gradients donnés dans le Tableau 2. Si les résultats doivent être confirmés, un gradient peut confirmer l'autre.

NOTE La matrice interférente, par exemple des acides humiques, est fixée dès le début au moyen d'un développement alcalin appliqué au cours des premiers passages. Le développement acide au cours des passages ultérieurs permet de réaliser la chromatographie des acides carboxyliques phénoxyalcane sans élution des acides humiques.