
**Qualité de l'eau — Détermination de l'indice
hydrocarbure —**

**Partie 2:
Méthode par extraction au solvant et
chromatographie en phase gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Water quality — Determination of hydrocarbon oil index —

Part 2: Method using solvent extraction and gas chromatography

ISO 9377-2:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/922e7663-aff4-459e-8fd9-150faede54a1/iso-9377-2-2000>



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 9377-2:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/922e7663-aff4-459e-8fd9-150faede54a1/iso-9377-2-2000>

© 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 du 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

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives	1
3 Terme et définition.....	2
4 Interférences	2
5 Principe.....	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	4
8 Échantillonnage et conservation des échantillons	5
9 Mode opératoire	6
10 Rapport d'essai	10
11 Fidélité	10
Annexe A (informative) Exemples d'une colonne et d'un microséparateur.....	11
Annexe B (informative) Exemples de chromatogrammes d'un étalon d'huile minérale et d'échantillons d'eau.....	13
Annexe C (informative) Détermination de la plage d'ébullition d'une huile minérale à partir du chromatogramme.....	18

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/022e7662-a8f1-459a-86f9-150faede54a1/iso-9377-2-2000>

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.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 9377 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.

La Norme internationale ISO 9377-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biologiques*.

L'ISO 9377 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Détermination de l'indice hydrocarbure*:

- *Partie 1: Méthode par extraction au solvant et gravimétrie*
- *Partie 2: Méthode par extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse*

Les annexes A, B et C de la présente partie de l'ISO 9377 sont données uniquement à titre d'information.

Qualité de l'eau — Détermination de l'indice hydrocarbure —

Partie 2:

Méthode par extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9377 spécifie une méthode pour la détermination de l'indice hydrocarbure dans les eaux au moyen d'une chromatographie en phase gazeuse. La présente méthode est applicable aux eaux de surface, aux eaux résiduaires et aux eaux des stations d'épuration et permet la détermination de l'indice hydrocarbure pour des concentrations supérieures à 0,1 mg/l.

La présente méthode n'est pas applicable à la détermination quantitative de la teneur en huile minérale volatile. Toutefois, sur la base du profil des pics du chromatogramme, il est possible d'obtenir des informations d'ordre qualitatif concernant la composition de la contamination de l'huile minérale.

NOTE 1 Pour la détermination de la teneur en huiles minérales des sols et sédiments, voir l'ISO/TR 11046.

NOTE 2 Il convient que la concentration en masse de la graisse d'origine animale et végétale dans l'échantillon pour essai ne dépasse pas 150 mg/l, car il est possible que la capacité d'adsorption de la garniture des colonnes pour purification ne soit pas suffisante pour des valeurs plus élevées.

NOTE 3 Dans le cas d'eaux résiduaires très polluées, contenant en particulier une grande quantité d'agents de surface, une perte de rendement peut se produire.

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 partie de l'ISO 9377. 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 partie de l'ISO 9377 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 5667-3:1994, *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.*

3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 9377, le terme et la définition suivants s'appliquent.

3.1

indice hydrocarbure par GC-FID

somme des concentrations des composés extractibles par un solvant hydrocarboné, dont le point d'ébullition est compris entre 36 °C et 69 °C, non adsorbés par le Florisil¹⁾ et dont les temps de rétention, en chromatographie, sont compris entre ceux du *n*-décane (C₁₀H₂₂) et du *n*-tétracontane (C₄₀H₈₂)

NOTE Les substances conformes à cette définition sont des hydrocarbures aliphatiques à longue chaîne ou ramifiés, alicycliques, aromatiques ou aromatiques substitués.

4 Interférences

Les composés de faible polarité (par exemple hydrocarbures halogénés) et des concentrations élevées de substances polaires peuvent interférer avec la détermination.

Les substances tensio-actives interfèrent avec la phase d'extraction.

5 Principe

Extraction de l'échantillon d'eau à l'aide d'un agent d'extraction. Élimination des substances polaires par purification avec du Florisil. Analyse d'une aliquote purifiée par chromatographie capillaire, en utilisant une colonne non polaire et un détecteur à ionisation de flamme (FID). Mesurage de l'aire totale de pics entre le *n*-décane et le *n*-tétracontane. Quantification de la concentration en huiles minérales par rapport à un étalon externe composé de deux huiles minérales spécifiées. Calcul de l'indice hydrocarbure.

Il est essentiel que les essais réalisés dans le cadre de la présente partie de l'ISO 9377 soient effectués par un personnel convenablement qualifié.

Il convient d'étudier si des problèmes particuliers nécessiteront la spécification de conditions complémentaires et, le cas échéant, dans quelle mesure.

6 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et convenir à leur utilisation spécifique. L'adéquation des réactifs et des solutions doit être vérifiée en effectuant un essai à blanc.

6.1 Eau, pour la préparation des solutions.

Utiliser de l'eau distillée ou de l'eau produite par un générateur d'eau pure capable d'éliminer les traces de composés organiques, par exemple par passage sur charbon actif.

6.2 Agent d'extraction.

Solvant hydrocarboné ou mélange d'hydrocarbures, dont les points d'ébullition sont compris entre 36 °C et 69 °C.

Des essais de répétabilité sont nécessaires pour tout changement de l'agent d'extraction.

1) Florisil est le nom commercial désignant une substance à diatomées préparée, composée principalement de silicate de magnésium anhydre. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 9377 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

6.3 Sulfate de sodium, anhydre, Na_2SO_4 .

6.4 Sulfate de magnésium heptahydraté, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

6.5 Acide minéral, par exemple l'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$).

6.6 Acétone, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$.

6.7 Florisil, granulométrie $150 \mu\text{m}$ à $250 \mu\text{m}$ (60 mesh à 100 mesh), chauffé à 140°C pendant 16 h et conservé dans un dessiccateur.

6.8 Mélanges d'huiles minérales.

6.8.1 Mélange étalon²⁾.

Peser avec précision des quantités égales de deux types différents d'huile minérale (type A et type B, aucun ne contenant d'additifs) et ajouter suffisamment de solvant d'extraction (6.11.2) pour obtenir une concentration d'hydrocarbure totale d'environ 10 mg/ml .

Il convient que le type A montre des pics discrets sur le chromatogramme. Le carburant diesel sans additifs en est un exemple. Voir également l'EN 590 pour davantage d'information. Il convient que le type B ait une plage d'ébullition supérieure à celle du type A et qu'il présente des signaux non résolus sur le chromatogramme. L'huile lubrifiante sans additifs avec une plage d'ébullition comprise entre 325°C et 460°C constitue un exemple de ce type.

6.8.2 Mélange d'étalonnage.

Préparer au moins cinq solutions d'étalonnage différentes en diluant des aliquotes du mélange étalon (6.8.1) avec le solvant d'extraction (6.11.2). Les concentrations suivantes peuvent être appropriées:

0 (blanc), $0,2 \text{ mg/ml}$, $0,4 \text{ mg/ml}$, $0,6 \text{ mg/ml}$, $0,8 \text{ mg/ml}$ et $1,0 \text{ mg/ml}$.

Des concentrations plus élevées peuvent être recommandées pour d'autres applications.

Conserver le mélange d'étalonnage hermétiquement fermé dans un réfrigérateur (4°C à 8°C). Il est stable pendant six mois au maximum.

6.8.3 Étalon de contrôle qualité (QC).

Préparer, conformément à 6.8.1, une solution étalon dans l'acétone (6.6) à une concentration en masse de 1 mg/ml par exemple. Il convient que la concentration exacte soit égale à environ mille fois le domaine de travail.

NOTE Lorsqu'une huile lubrifiante est utilisée pour le contrôle qualité, la solution mère est facilement préparée dans l'agent d'extraction (6.2), puis diluée dix fois dans l'acétone avant de doper l'eau de contrôle qualité.

Conserver la solution hermétiquement fermée dans un réfrigérateur (4°C à 8°C). Elle reste stable pendant six mois au maximum.

6.9 Mélange étalon de *n*-alcanes pour un essai de performance du système.

Dissoudre les *n*-alcanes ayant des nombres de carbone pairs (C_{20} , C_{40} et au moins trois *n*-alcanes supplémentaires) dans l'agent d'extraction (6.2) pour obtenir des concentrations d'environ $50 \mu\text{g/ml}$ des composés

2) Ces étalons sont disponibles auprès de:

Fachgruppe I.2 – Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung – Richard-Willstätter-Strasse 11 – D-12489 Berlin, Allemagne. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 9377 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

individuels. Il peut être nécessaire d'utiliser un solvant différent, par exemple de l'heptane, pour la première solution; dans ce cas, diluer cette première solution avec l'agent d'extraction (6.2).

Conserver le mélange étalon hermétiquement fermé dans un réfrigérateur. Il reste stable pendant six mois au maximum.

NOTE 1 Cette solution est utilisée pour vérifier dans quelle mesure le système de chromatographie en phase gazeuse est approprié pour la résolution des *n*-alcane ainsi que pour la réponse du détecteur.

NOTE 2 Cette solution est utilisée pour donner des informations sur les temps de rétention des *n*-alcane afin de caractériser les hydrocarbures dans l'échantillon.

6.10 Composés de référence.

6.10.1 *n*-Décane, $C_{10}H_{22}$.

6.10.2 *n*-Tétracontane, $C_{40}H_{82}$.

6.10.3 *n*-Eicosane, $C_{20}H_{42}$.

6.11 Solvant d'extraction avec composés de référence.

6.11.1 Solution mère du solvant d'extraction.

Dissoudre 20 mg de *n*-tétracontane (6.10.2) dans l'agent d'extraction (6.2), puis ajouter 20 µl de *n*-décane (6.10.1) et diluer avec l'agent d'extraction jusqu'à 1 000 ml.

Stocker la solution hermétiquement fermée dans un réfrigérateur. Elle reste stable pendant six mois au maximum.

NOTE Le *n*-tétracontane n'est que moyennement soluble dans l'agent d'extraction. Un léger chauffage ou un traitement aux ultrasons permet d'accélérer le processus de dissolution.

6.11.2 Solution étalon du solvant d'extraction.

Immédiatement avant utilisation, diluer la solution mère (6.11.1) avec dix fois le volume d'agent d'extraction.

6.12 Solution d'essai de stéarate de stearyle, $C_{36}H_{72}O_2$.

Dissoudre 200 mg de stéarate de stearyle dans 100 ml de solvant d'extraction (6.11.2).

NOTE Cette solution est utilisée pour vérifier l'efficacité de la procédure de purification.

Stocker la solution hermétiquement fermée dans un réfrigérateur. Elle reste stable pendant six mois au maximum.

7 Appareillage

7.1 Verrerie courante de laboratoire.

Nettoyer toute la verrerie selon les modes opératoires habituels pour ce type d'analyse et vérifier la pureté (mesurage du blanc). Si nécessaire, rincer la verrerie avec l'agent d'extraction (6.2) et renouveler la vérification du blanc.

7.2 **Chromatographe en phase gazeuse**, équipé d'un système d'injection non sélectif et d'un détecteur à ionisation de flamme.

7.3 Colonne pour chromatographie en phase gazeuse, en silice fondue, avec l'une des phases stationnaires suivantes:

non polaire, immobilisée, 100 % diméthylpolysiloxane, ou 95 % diméthyl / 5 %-diphénylpolysiloxane ou polysiloxane modifié

et correspondant aux caractéristiques suivantes:

longueur: 5 m à 30 m
diamètre interne: 0,25 mm à 0,53 mm
épaisseur de film: 0,25 µm à 1,2 µm

Pour un exemple, voir l'annexe B.

Il est recommandé d'utiliser une précolonne (par exemple 2 m, 0,53 mm de diamètre interne, silice fondue désactivée).

7.4 Système de traitement de données approprié pour l'intégration de la surface totale du chromatogramme, pour la compensation du «dégorgement de colonne» ainsi que pour la réintégration après avoir tracé une nouvelle ligne de base.

7.5 Flacons d'échantillonnage, en verre, de 250 ml et 1 000 ml de capacité, fermés par des bouchons en verre rodés ou par des bouchons à vis, revêtus de PTFE (polytétrafluoroéthylène).

Le flacon d'échantillonnage doit permettre une extraction directement à partir du flacon.

7.6 Centrifugeuse.

7.7 Tubes à centrifuger, de 100 ml de capacité, avec bouchon (à vis) approprié.

7.8 Microséparateur (voir l'exemple à la Figure A.2), ou autre dispositif approprié à la séparation des phases.

7.9 Colonnes pour purification, en verre, comportant un filtre en verre fritté de porosité 2 (voir l'exemple à la Figure A.1).

7.10 Appareil Kuderna-Danish, muni d'un flacon de 250 ml, ou tout autre appareil de concentration adapté, par exemple un évaporateur rotatif avec vide contrôlé.

7.11 Agitateur magnétique avec barreau, de longueur appropriée pour assurer un mélange total.

8 Échantillonnage et conservation des échantillons

L'échantillonnage et la conservation doivent se faire conformément à l'ISO 5667-3.

Remplir un flacon d'échantillonnage (7.5) à environ 90 % avec l'échantillon, fermer hermétiquement et peser (m_1). Conserver l'échantillon à environ 4 °C et l'extraire le plus tôt possible mais dans un délai de 4 jours au maximum.

Si nécessaire, conserver l'échantillon sur le lieu du prélèvement en l'acidifiant avec un acide minéral (6.5) pour atteindre un pH de 2.

La conservation de l'échantillon sur le lieu du prélèvement est recommandée pour les échantillons d'eaux de surface et souterraines. Si des teneurs élevées d'acides humiques sont présentes dans les eaux souterraines, perceptibles par une teinte jaune brunâtre de l'échantillon, il convient de ne pas acidifier afin d'éviter la précipitation des acides humiques au pH spécifié.

NOTE Si la formation d'émulsions ou une concentration d'huiles d'origine animale et végétale > 150 mg/l sont attendues, il est conseillé de prélever également un plus petit volume d'échantillon dans un flacon d'échantillonnage de 250 ml.

9 Mode opératoire

9.1 Essai à blanc

Effectuer des essais à blanc pour chaque série d'essais conformément à 9.3 et en utilisant l'ensemble des réactifs et de la verrerie de la même manière que pour les échantillons.

9.2 Détermination du rendement

Déterminer le rendement à intervalles réguliers, de préférence pour chaque série d'essais, en utilisant 900 ml d'eau (6.1) auxquels 1,0 ml de l'étalon QC (6.8.3) a été ajouté. Effectuer l'essai en commençant au 9.3 et calculer le rendement. S'assurer que le rendement est compris entre 80 % et 110 %.

9.3 Mode opératoire d'extraction

Si nécessaire, refroidir l'échantillon à environ 10 °C, afin d'éviter des pertes de l'agent d'extraction par évaporation.

Acidifier l'échantillon à pH 2 en ajoutant de l'acide minéral (6.5) si cela n'a pas été fait sur le lieu du prélèvement (voir l'article 8).

Ajouter environ 80 g de sulfate de magnésium (6.4) par 900 ml d'échantillon afin d'éviter les émulsions.

NOTE 1 L'ajout de sulfate de magnésium n'est pas nécessaire s'il est certain que les échantillons ne forment pas d'émulsions.

Ajouter 50 ml de solution étalon du solvant d'extraction (6.11.2) et un barreau magnétique, fermer la bouteille et agiter vigoureusement pendant 30 min à l'aide de l'agitateur magnétique (7.11).

Retirer le bouchon et le remplacer par le microséparateur (7.8).

Ajouter suffisamment d'eau (6.1) pour permettre la récupération de la couche d'agent d'extraction du microséparateur; transférer celle-ci dans une colonne pour purification (7.9) et procéder conformément à 9.4.

Lors du transfert de la phase organique dans la colonne pour purification, veiller à éviter de transférer l'eau car elle risque de recouvrir la surface du sulfate de sodium. Il est recommandé de transférer la couche organique en plusieurs étapes à l'aide d'une pipette ou, si l'on utilise un microséparateur (7.8) (voir Figure A.2), de positionner le ménisque en dessous du robinet.

Dans le cas d'émulsions fortes, centrifuger l'extrait comme suit. Transférer la phase d'agent d'extraction ainsi que l'émulsion dans un tube à centrifuger de 100 ml (7.7) et fermer le tube. Briser l'émulsion par centrifugation de l'extrait.

NOTE 2 Une centrifugation de 10 min à 15 min est généralement suffisante.

L'extraction par agitation peut être appropriée, mais l'efficacité de celle-ci doit être vérifiée.

9.4 Mode opératoire de purification

Transférer la phase d'agent d'extraction (voir 9.3) dans une petite colonne (voir Figure A.1) remplie de 2 g de Florisil (6.7) et recouverte d'une couche de 2 g de sulfate de sodium (6.3).

NOTE 1 Un préincinçage de la colonne avec quelques millilitres d'agent d'extraction (6.2) peut être utile pour éviter la formation de cannelures.

Laisser percoler la phase d'agent d'extraction, suivie par 10 ml supplémentaires d'agent d'extraction (6.2), à travers la colonne, dans un appareil de concentration approprié (7.10).

Rincer la colonne avec environ 10 ml d'agent d'extraction (6.2).

NOTE 2 En alternative, et sous réserve que les résultats soient équivalents à ceux obtenus avec la colonne contenant le Florisil, il est possible d'utiliser d'autres modes opératoires pour purifier l'extrait utilisant la même quantité de Florisil, par exemple agitation de l'extrait total avec 2 g de Florisil durant 30 min sur un dispositif d'agitation.

9.5 Concentration

En utilisant le dispositif d'évaporation (7.10), concentrer l'extrait à un volume d'environ 6 ml.

Concentrer ensuite l'extrait jusqu'à l'obtention d'un volume légèrement inférieur à 1 ml à l'aide d'un léger courant d'azote. Compléter avec l'agent d'extraction (6.2) jusqu'à l'obtention d'un volume de 1,0 ml ou calculer le volume exact de l'extrait concentré par pesée. Transférer une aliquote de l'extrait final dans une fiole à septum pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse.

NOTE Il est possible d'omettre la concentration de l'extrait à 1,0 ml si un indice élevé d'hydrocarbure est prévu ou si une grande quantité, par exemple 100 µl, de l'extrait partiellement ou non concentré est injectée au moyen d'un «système d'injection pour volumes importants».

Lors de l'utilisation d'une injection de volume important, il est nécessaire de porter l'extrait à un volume connu, par exemple 50 ml ou 100 ml, après traitement par le Florisil. Dans ce cas, il convient que la concentration de la solution d'étalonnage (6.8) et la concentration du mélange d'étalonnage de *n*-alcanes (6.9) soient proportionnellement inférieures.

Laisser égoutter le flacon d'échantillonnage vide pendant 5 min. Fermer le flacon avec le bouchon utilisé précédemment et déterminer sa masse (m_2) à 1 g près.

9.6 Essai d'aptitude du Florisil

Vérifier l'aptitude du Florisil à intervalles réguliers et à chaque fois qu'un nouveau lot de Florisil sec est utilisé, de la manière suivante.

Utiliser une solution étalon de stéarate de stearyle (6.12) et une solution d'étalonnage d'huiles minérales (6.8).

Effectuer le mode opératoire de purification (9.4) avec 10 ml de solution de stéarate de stearyle, puis ajouter l'agent d'extraction (6.11.2) pour obtenir un volume de 25 ml. Transférer une aliquote de la solution purifiée dans une fiole à septum et analyser par chromatographie en phase gazeuse (voir 9.7). Mesurer les aires de pic du stéarate de stearyle après traitement au Florisil. Diluer 0,5 ml de solution de stéarate de stearyle avec l'agent d'extraction (6.11.2) jusqu'à 25 ml et analyser par chromatographie en phase gazeuse. Calculer le rapport des aires de pic pour le stéarate de stearyle pour la solution traitée et la solution non traitée. Il convient que ce rapport soit inférieur à 1. Dans le cas contraire, activer le Florisil conformément à 6.7.

Effectuer le mode opératoire de purification (9.4) avec 10 ml de solution d'étalonnage d'huiles minérales à 2 mg/ml (6.8), puis ajouter la solution étalon du solvant d'extraction (6.11.2) jusqu'à obtenir un volume de 25 ml. Transférer une aliquote de la solution purifiée dans une fiole à septum et analyser par chromatographie en phase gazeuse.

Déterminer le rendement en huile minérale sur la base de l'aire de pic entre C_{10} et C_{40} dans la solution d'étalonnage traitée (avec Florisil) et non traitée. Il convient que le rendement soit au moins égal à 80 %. Si ce critère n'est pas respecté, rincer le lot de Florisil avec une grosse quantité d'eau et activer le Florisil comme indiqué en 6.7. Si ce nouvel essai montre que le critère n'est pas encore satisfait, choisir un autre lot de Florisil avec un numéro de lot différent.

9.7 Détermination par chromatographie en phase gazeuse

9.7.1 Réglage du chromatographe en phase gazeuse

Choisir une colonne capillaire avec l'une des phases stationnaires spécifiées (voir 7.3 et l'annexe B) pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse. Régler le chromatographe jusqu'à l'obtention d'une séparation optimale. Les pics du chromatogramme du mélange étalon de *n*-alcanes (6.9) doivent être séparés à la ligne de base. Il convient que la réponse relative (aire de pic) du *n*-tétracontane ($C_{40}H_{82}$), comparée avec le *n*-eicosane ($C_{20}H_{42}$),