
**Qualité de l'eau — Dosage de composés
organostanniques sélectionnés —
Méthode par chromatographie en phase
gazeuse**

*Water quality — Determination of selected organotin compounds —
Gas chromatographic method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17353:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96fae333-dad7-4990-9ce5-e8fb3400c1fa/iso-17353-2004>



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 17353:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96fae333-dad7-4990-9ce5-e8fb3400c1fa/iso-17353-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96fae333-dad7-4990-9ce5-e8fb3400c1fa/iso-17353-2004>

© ISO 2004

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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Interférences	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	8
8 Mode opératoire	10
9 Identification	12
10 Étalonnage	14
11 Calculs	17
12 Fidélité	18
13 Rapport d'essai	19
Annexe A (informative) Conditions pour la chromatographie en phase gazeuse	20
Annexe B (informative) Fidélité	30
Bibliographie	32

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 2.

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.

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.

L'ISO 17353 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 17353:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96fae333-dad7-4990-9ce5-e8fb3400c1fa/iso-17353-2004>

Introduction

Il convient de noter si des problèmes particuliers nécessiteront de spécifier des conditions limites additionnelles, et le cas échéant, de quelle ampleur.

La présente Norme internationale décrit un dosage par chromatographie en phase gazeuse avec détection spécifique de composés organiques de l'étain, après dérivation avec du borate tétraéthyle de sodium et extraction liquide-liquide.

Il convient que l'utilisateur soit informé que des problèmes particuliers pourraient nécessiter la spécification de conditions marginales additionnelles.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17353:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96fae333-dad7-4990-9ce5-e8fb340c1fa/iso-17353-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96fae333-dad7-4990-9ce5-e8fb340c1fa/iso-17353-2004>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17353:2004](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96fae333-dad7-4990-9ce5-e8ff3400c1fa/iso-17353-2004>

Qualité de l'eau — Dosage de composés organostanniques sélectionnés — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à son utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à toute réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément à la présente Norme internationale soient réalisés par un personnel convenablement qualifié.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour l'identification et la quantification des composés organiques de l'étain (ou organostanniques) et/ou des cations indiqués dans le Tableau 1 pour l'eau potable, les eaux de surface et les eaux usées contenant au plus 2 g/l de matières en suspension. Le domaine de travail est compris entre 10 ng/l et 1 000 ng/l. Les anions respectifs ne sont pas dosés.

D'autres composés, tels que R = méthyl, $n = 1$ à 2 et R = phényl, $n = 1$ à 2, peuvent également être analysés avec ce mode opératoire. La présente Norme internationale s'applique aussi à l'eau de mer.

Tableau 1 — Composés organostanniques et cations dosés avec la présente Norme internationale

$R_n\text{Sn}^{(4-n)+}$	R	n	Nom	Acronyme
BuSn^{3+}	Butyl	1	Cation monobutylétain	MBT
$\text{Bu}_2\text{Sn}^{2+}$	Butyl	2	Cation dibutylétain	DBT
Bu_3Sn^+	Butyl	3	Cation tributylétain	TBT
Bu_4Sn	Butyl	4	Tétra-butylétain	TTBT
OcSn^{3+}	Octyl	1	Cation mono-octylétain	MOT
$\text{Oc}_2\text{Sn}^{2+}$	Octyl	2	Cation dioctylétain	DOT
Ph_3Sn^+	Phényl	3	Cation triphénylétain	TPhT
Cy_3Sn^+	Cyclohexyl	3	Cation tricyclohexylétain	TcyT

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

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

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

composé organostannique

OTC

substance comportant au moins une liaison Sn-C

NOTE Le nombre de liaisons Sn-C est une mesure du degré de substitution.

3.2

cation organostannique

OC

partie du composé organostannique qui contient toutes les liaisons Sn-C (et qui est correctement chargée)

NOTE Dans la présente Norme internationale, l'abréviation OC est également utilisée pour le composé organostannique tétrasubstitué non dissocié. Par conséquent, OC comprend les cations MBT, DBT, TBT, TTBT, MOT, DOT, TCyT et TPhT.

[ISO 17353:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96fae333-dad7-4990-9ce5-e8fb3400c1fa/iso-17353-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96fae333-dad7-4990-9ce5-e8fb3400c1fa/iso-17353-2004>

4 Principe

Les composés organostanniques dans l'eau sont alkylés avec du borate tétraéthyle de sodium et extraits à l'hexane. L'extrait peut être purifié sur de la silice. Après concentration, les OTC tétrasubstitués sont séparés par chromatographie en phase gazeuse dans une colonne capillaire et détectés avec un système adapté tel que MS (spectrométrie de masse), FPD (détection par photométrie de flamme), AED (détection par émission atomique). La concentration est déterminée par étalonnage sur l'ensemble du mode opératoire, à l'aide d'un mélange étalon interne.

5 Interférences

Les réactifs contiennent parfois des impuretés de composés organostanniques. Il est absolument essentiel de vérifier les blancs (voir A.4.6).

6 Réactifs

Utiliser des réactifs de la plus grande pureté.

6.1 Eau, exempte de substances provoquant des interférences avec la présente méthode et conforme à l'ISO 3696:1987, Qualité 1.

6.2 Acide nitrique, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.

6.3 Acide acétique, CH_3COOH , glacial.

- 6.4 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$
- 6.5 Acétate de sodium, CH_3COONa , anhydre.
- 6.6 Sulfate de sodium, Na_2SO_4 , anhydre.
- 6.7 Silice, granulométrie de 0,2 mm à 0,063 mm à (200 à 63 mesh).
- 6.8 Tétrahydrofurane, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$, exempt de peroxydes et d'eau.
- 6.9 Acétone, (propanone) $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$.
- 6.10 Méthanol, CH_3OH .
- 6.11 Hexane, C_6H_{14} .
- 6.12 Borate tétraéthyle de sodium, $\text{NaB}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$.
- 6.13 Trichlorure de monobutylétain, MBTCl, $\text{C}_4\text{H}_9\text{SnCl}_3$.
- 6.14 Dichlorure de dibutylétain, DBTCl, $(\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{SnCl}_2$.
- 6.15 Chlorure de tributylétain, TBTCl, $(\text{C}_4\text{H}_9)_3\text{SnCl}$.
- 6.16 Tétrabutylétain, TBT, $(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{Sn}$.
- 6.17 Trichlorure de mono-octylétain, MOTCl, $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{SnCl}_3$.
- 6.18 Dichlorure de dioctylétain, DOTCl, $(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{SnCl}_2$.
- 6.19 Chlorure de triphénylétain, TPhTCl, $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{SnCl}$.
- 6.20 Chlorure de tricyclohexylétain, TCyTCl, $(\text{C}_6\text{H}_{11})_3\text{SnCl}$.
- 6.21 Trichlorure de monoheptylétain, MHTCl, $\text{C}_7\text{H}_{15}\text{SnCl}_3$; (étalon interne).
- 6.22 Dichlorure de diheptylétain, DHTCl, $(\text{C}_7\text{H}_{15})_2\text{SnCl}_2$; (étalon interne).
- 6.23 Chlorure de tripropylétain, TPTCl, $(\text{C}_3\text{H}_7)_3\text{SnCl}$; (étalon interne).
- 6.24 Tétrapropylétain, TTPT, $(\text{C}_3\text{H}_7)_4\text{Sn}$; (étalon interne).
- 6.25 Solutions multicomposées et réactifs préparés.

La stabilité des étalons multicomposés étant primordiale, il est recommandé de préparer plusieurs solutions contenant uniquement des composés organostanniques du même degré d'alkylation/arylation (par exemple quatre solutions respectivement pour les composés mono-, di-, tri- et tétrasubstitués). La stabilité peut être contrôlée par l'absence de produits de dégradation.

6.25.1 Étalon multicomposés dans le méthanol, solution mère A.

Pour la préparation de solution mère à 1 mg/ml de cations organostanniques, peser les composés organostanniques conformément au Tableau 2 dans une fiole jaugée de 100 ml (précision 0,1 mg). Dissoudre dans une petite quantité de méthanol (6.10). Compléter au volume avec du méthanol et bien homogénéiser.

Si elle est stockée à 4 °C à l'abri de la lumière, cette solution est stable pendant une durée allant jusqu'à un an.

6.25.2 Solution des étalons internes dans le méthanol, solution mère B.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, peser à 0,1 mg près environ:

- 120 mg de dichlorure de diheptylétain,
- 150 mg de trichlorure de monoheptylétain,
- 115 mg de chlorure de tripropylétain, et
- 100 mg de tétrapropylétain;

et dissoudre dans une petite quantité de méthanol (6.10). Compléter au volume avec du méthanol et bien homogénéiser.

Pour la préparation d'exactly 1 mg/ml de OC conformément au Tableau 2, 122,4 mg de dichlorure de diheptylétain, 148,8 mg de trichlorure de monoheptylétain, 114,3 mg de chlorure de tripropylétain et 100 mg de tétrapropylétain sont nécessaires.

La solution est stable pendant trois mois si elle est stockée à 4 °C à l'abri de la lumière.

Tableau 2 — Masses de composés organostanniques et de facteurs de conversion massique pour la conversion en cations organostanniques (pour des substances pures à 100 %)

Substance	Facteur de conversion massique ^a	Masse ^b mg	Solution ^c
Trichlorure de monobutylétain	0,623	160,5	A
Dichlorure de dibutylétain	0,767	130,4	A
Chlorure de tributylétain	0,891	112,2	A
Tétrabutylétain	1,000	100,0	A
Trichlorure de monoocetylétain	0,686	145,8	A
Dichlorure de dioctylétain	0,830	120,5	A
Chlorure de triphénylétain	0,908	110,1	A
Chlorure de tricyclohexylétain	0,912	109,6	A
Trichlorure de monoheptylétain	0,672	148,8	B
Dichlorure de diheptylétain	0,817	122,4	B
Chlorure de tripropylétain	0,875	114,3	B
Tétrapropylétain	1,000	100,0	B

^a Facteur de conversion massique = masse molaire (OC)/masse molaire (OTC).

^b Si la masse pesée des composants est différente de ce qui est indiqué dans le Tableau 2, utiliser le facteur de conversion massique pour calculer la concentration réelle de OTC.

^c A: pour l'étalon multicomposés dans le méthanol.
B: pour la solution des étalons internes dans le méthanol.

6.25.3 Solutions de dopage multicomposés pour les solutions de référence.

Utiliser des pipettes pour la préparation de solutions de dopage (voir le Tableau 3). Transférer à la pipette le volume de départ respectif (Tableau 3) de la solution (mère) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec du méthanol et bien homogénéiser. La concentration massique finale de la solution de dopage résultante se situe entre 10 ng/ml et 1 000 ng/ml de cations organostanniques dans le méthanol. Il n'est pas autorisé de procéder à des étapes de dilution excédant 1:100.

Tableau 3 — Exemple de gamme de dilution pour la préparation des solutions dopées

Solution de départ	Concentration des OC dans la solution de départ ng/ml	Volume de la solution de départ ml	Volume final ml	Concentration finale des OC ng/ml	Désignation de la solution finale
A	1 000 000	10	100	100 000	A1
A1	100 000	10	100	10 000	A2
A1	100 000	15	100	15 000	A3
A2	10 000	20	50	4 000	A4
A2	10 000	5	100	500	A5
A2 + A3	10 000/15 000	1 + 6	100	1 000	AH6
A2 + A3	10 000/15 000	1 + 5	100	850	AH5
A2 + A3	10 000/15 000	1 + 4	100	700	AH4
A2 + A3	10 000/15 000	1 + 3	100	550	AH3
A2 + A3	10 000/15 000	1 + 2	100	400	AH2
A2 + A3	10 000/15 000	1 + 1	100	250	AH1
A4	4 000	6	100	240	AM6
A4	4 000	5	100	200	AM5
A4	4 000	4	100	160	AM4
A4	4 000	3	100	120	AM3
A4	4 000	2	100	80	AM2
A4	4 000	1	100	40	AM1
A5	500	7	100	35	AL6
A5	500	6	100	30	AL5
A5	500	5	100	25	AL4
A5	500	4	100	20	AL3
A5	500	3	100	15	AL2
A5	500	2	100	10	AL1

Les solutions AH1 à AH6 sont utilisées pour l'étalonnage AH (domaine de travail supérieur).

Les solutions AM1 à AM6 sont utilisées pour l'étalonnage AM (domaine de travail moyen).

Les solutions AL1 à AL6 sont utilisées pour l'étalonnage AL (domaine de travail inférieur).

Les solutions AU1 à AU6 sont préparées à partir de deux solutions mères A2 et A3.

6.25.4 Solutions de dopage contenant des étalons internes.

Il n'est pas autorisé de procéder à des étapes de dilution excédant 1:100.

Transférer à la pipette 1 ml de solution mère B (voir le Tableau 4) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec du méthanol (6.10) et bien homogénéiser (solution B1).

Transférer à la pipette 1 ml de la solution B1 dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec du méthanol et bien homogénéiser (solution B2).

Utiliser la solution B2 pour tous les échantillons. La concentration massique de la solution B2 est d'environ 100 ng/ml de cations organostanniques dans le méthanol, et dépend de la masse de départ conformément à 6.25.1 (Tableau 2).

Tableau 4 — Exemple de gamme de dilution pour la préparation des solutions de dopage des étalons internes

Solution de départ	Concentration des OC dans la solution de départ ng/ml	Volume de la solution de départ ml	Volume final ml	Concentration finale des OC ng/ml	Désignation de la solution finale
B	1 000 000	1	100	10 000	B1
B1	10 000	1	100	100	B2

ITeH STANDARD PREVIEW

6.25.5 Solution à blanc, consistant en 1 l d'eau (6.1) dans un flacon d'échantillonnage de 1 000 ml.

6.25.6 Solutions de référence (solution de référence aqueuse multicomposés).

Pour chaque domaine de travail, préparer au moins six solutions de référence, distribuées à équidistance dans le domaine de travail choisi. Il convient que le domaine de travail n'excède pas un ordre de grandeur.

Ajouter 1 000 ml d'eau (6.1) dans chacun des six flacons d'échantillonnage de 1 000 ml. Tout en remuant vigoureusement, transférer à la pipette 1 ml de la solution de dopage respective sous la surface (AH1 à AH6, AM1 à AM6, AU1 à AU6, voir le Tableau 3) et s'assurer que la solution de dopage est répartie uniformément dans l'eau. Agiter pendant 20 min supplémentaires.

En fonction du domaine de travail, les solutions de référence contiennent les concentrations massiques suivantes de OC dans l'eau:

- domaine supérieur: 1 000 ng/l, 850 ng/l, 700 ng/l, 550 ng/l, 400 ng/l et 250 ng/l;
- domaine moyen: 240 ng/l, 200 ng/l, 160 ng/l, 120 ng/l, 80 ng/l et 40 ng/l; ou
- domaine inférieur: 35 ng/l, 30 ng/l, 25 ng/l, 20 ng/l, 15 ng/l et 10 ng/l.

6.25.7 Solution tampon d'acétate.

Dissoudre environ 1 mole d'acétate de sodium (équivalent à 82 g d'acétate de sodium anhydre) (6.5) dans 500 ml d'eau (6.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter suffisamment d'acide acétique glacial (6.3) pour atteindre un pH de 4,5. Compléter au volume avec de l'eau (6.1) et bien homogénéiser.

6.25.8 Solution A de dérivation (2 % en concentration massique dans l'eau).

Peser environ 200 mg de borate tétraéthyle de sodium (6.12) dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Cette solution n'est pas stable, et il convient de l'utiliser immédiatement.

6.25.9 Solution B de dérivation (20 % en concentration massique dans le tétrahydrofurane).

Peser environ 2 g de borate tétraéthyle de sodium (6.12) dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec du tétrahydrofurane (6.8).

Cette solution est stable pendant environ trois mois si elle est stockée sous gaz inerte. Son utilisation est recommandée dans le cas de séries importantes d'échantillons.

6.25.10 Agent de dessiccation.

Sécher environ 250 g à 300 g de sulfate de sodium en poudre (6.6) sur une plaque de quartz pendant au moins 4 h à une température de 180 °C. Introduire le sulfate de sodium séché dans un flacon à col large et laisser refroidir à la température ambiante dans un dessiccateur. Retirer le flacon du dessiccateur et fermer hermétiquement.

6.25.11 Silice pour la colonne de purification.

Il est recommandé de préparer des lots de 120 g chacun au maximum.

Chauffer la silice (6.7) pendant au moins 12 h à (500 ± 20) °C sur une plaque de quartz dans un four à moufle (il convient que la température ne dépasse pas 520 °C).

Laisser la plaque refroidir dans le four jusqu'à environ 200 °C, transférer la silice dans un flacon à col large en verre et laisser refroidir jusqu'à la température ambiante dans un dessiccateur. Ajouter de l'eau à la silice refroidie jusqu'à atteindre une fraction massique de 3 %. Fermer le flacon et homogénéiser son contenu pendant 2 h sur un agitateur.

Vérifier l'homogénéité et la teneur en humidité de la silice préparée en déterminant la teneur en humidité des différentes portions de la silice préparée. La teneur en humidité ne doit pas varier de plus de 0,1 %.

6.25.12 Colonne de purification.

S'assurer que la colonne de purification est remplie de manière homogène, par exemple en utilisant une suspension de silice dans l'hexane.

Ajouter environ 5 g de silice (6.25.11) à la colonne (voir 7.6), et environ 3 g d'agent de dessiccation (6.25.10). Rincer avec 30 ml d'hexane (6.11) et laisser migrer le solvant dans la colonne jusqu'à la surface supérieure.

La colonne est alors prête à l'emploi.

Les colonnes commercialisées déjà garnies peuvent être utilisées.

6.25.13 Éluant pour la purification de l'extrait, acétone dans l'hexane.

Pour s'assurer d'une élution quantitative de tous les composés organostanniques de la colonne de purification, utiliser un mélange de *n*-hexane et d'acétone. En utilisant une solution d'étalonnage appropriée avant de mettre en œuvre la procédure de purification, déterminer le pourcentage d'acétone à ajouter au *n*-hexane et le volume du mélange résultant nécessaire pour une élution complète. Ajouter le volume approprié d'acétone (6.9) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'hexane (6.11) et bien homogénéiser.