

---

---

**Qualité du sol — Dosage d'une  
sélection d'explosifs et de composés  
apparentés —**

Partie 1:

**Méthode utilisant la chromatographie  
liquide à haute performance (CLHP)  
avec détection ultraviolet**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Soil quality — Determination of selected explosives and related  
compounds — 1:2013*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/471a3db2-e10b-402b-8271-090583789b25/iso-11916-1-2013>  
*Part 1. Method using high-performance liquid chromatography  
(HPLC) with ultraviolet detection*



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 11916-1:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f71a3db2-e10b-4f2b-827c-090583789b25/iso-11916-1-2013>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2013

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  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>2</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Interférences</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>3</b>
5.1   Généralités.....	3
5.2   Substances chimiques.....	3
5.3   Substances et solutions étalons.....	3
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
6.1   Généralités.....	4
6.2   Matériel d'extraction.....	4
6.3   Système de chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec DBD.....	5
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
7.1   Prétraitement des échantillons, conservation des échantillons et détermination de la teneur en eau.....	5
7.2   Extraction.....	5
7.3   Conservation de l'extrait.....	8
<b>8</b> <b>Analyse par chromatographie liquide à haute performance</b> .....	<b>8</b>
8.1   Généralités.....	8
8.2   Système de chromatographie liquide à haute performance.....	8
8.3   Étalonnage.....	9
8.4   Identification et quantification.....	10
<b>9</b> <b>Calcul des résultats</b> .....	<b>10</b>
<b>10</b> <b>Assurance qualité</b> .....	<b>10</b>
<b>11</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>11</b>
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>11</b>
<b>Annexe A (informative) Limite de récupération de l'étalon de contrôle de la méthode</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe B (informative) Conditions de CLHP-UV-DBD</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe C (informative) Données de fidélité</b> .....	<b>17</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>26</b>

## 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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, 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/CEI, Partie 2, [www.iso.org/directives](http://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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

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*.

L'ISO 11916 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité du sol — Dosage d'une sélection d'explosifs et de composés apparentés*.

- *Partie 1: Méthode utilisant la chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection ultraviolet*
- *Partie 2: Méthode utilisant la chromatographie en phase gazeuse (CG) avec détection à capture d'électrons (DCE) ou détection par spectrométrie de masse (SM)*

# Qualité du sol — Dosage d'une sélection d'explosifs et de composés apparentés —

## Partie 1: Méthode utilisant la chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection ultraviolet

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11916 spécifie la quantification de composés explosifs et nitrocomposés apparentés (indiqués dans le [Tableau 1](#)) dans les sols et les matériaux du sol. La présente partie de l'ISO 11916 est destinée à l'analyse de traces d'explosifs et de composés apparentés par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection ultraviolet (UV).

Dans les conditions spécifiées dans la présente partie de l'ISO 11916, des concentrations aussi faibles que 0,1 mg/kg de matière sèche à 1 mg/kg de matière sèche peuvent être déterminées, selon la substance. Des composés similaires, en particulier différents composés nitroaromatiques, sous-produits et produits de dégradation des composés explosifs, peuvent être analysés avec cette méthode. Cependant, il convient de vérifier l'applicabilité au cas par cas.

**Tableau 1 — Composés explosifs et nitrocomposés apparentés destinés à l'analyse**

Composé	ISO 11916-1:2013	Abréviation	CAS-RN <sup>a</sup>
Nitrobenzène	<a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f1a3db2-e10b-4f2b-877c-090583789b25/iso-11916-1-2013">https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f1a3db2-e10b-4f2b-877c-090583789b25/iso-11916-1-2013</a>	NB	98-95-3
1,3-Dinitrobenzène		1,3-DNB	99-65-0
1,3,5-Trinitrobenzène <sup>b</sup>		1,3,5-TNB	99-35-4
2-Nitrotoluène		2-NT	88-72-2
3-Nitrotoluène		3-NT	99-08-1
4-Nitrotoluène		4-NT	99-99-0
2,4-Dinitrotoluène		2,4-DNT	121-14-2
2,6-Dinitrotoluène		2,6-DNT	606-20-2
2,4,6-Trinitrotoluène		2,4,6-TNT	118-96-7
4-Amino-2,6-dinitrotoluène		4-A-2,6-DNT	19406-51-6
2-Amino-4,6-dinitrotoluène		2-A-4,6-DNT	35572-78-2
<i>N</i> -Méthyl- <i>N</i> -2,4,6-tétranitroaniline <sup>b</sup>		Tétryle	479-45-8
2,4,6-Trinitro- <i>N</i> -(2,4,6-trinitrophényl)aniline		Hexyle	131-73-7
1,3,5-Trinitro-hexahydro-1,3,5-triazine		RDX	121-82-4
1,3,5,7-Tétranitro-octahydro-1,3,5,7-tétrazocine		HMX	2691-41-0
Pentaérythryltétranitrate <sup>b</sup>		PETN	78-11-5

<sup>a</sup> CAS-RN: Chemical Abstracts Service-Registry Number (Numéro de registre du Chemical Abstracts Service).

<sup>b</sup> Le PETN, le 1,3,5-TNB et le tétryle ont donné de mauvais résultats d'essai interlaboratoires et leur analyse pourrait être problématique.

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

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

ISO 22478, *Qualité de l'eau — Dosage de certains explosifs et de composés apparentés — Méthode utilisant la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) avec détection UV*

## 3 Principe

Les matériaux explosifs présents dans les sols sont extraits avec de l'acétonitrile ou du méthanol en utilisant l'une des techniques suivantes:

- bain à ultrasons utilisant des ondes ultrasoniques comme milieu (USE);
- agitateur mécanique horizontal à température ambiante (MSE);
- appareil de Soxhlet utilisé à la température d'ébullition (SOX);
- extraction sous fluide pressurisé (PLE).

L'extrait contenant les analytes est injecté directement, ou, si nécessaire, dilué avant injection, dans un système de chromatographie liquide à haute performance (CLHP) en phase inverse et les analytes sont détectés à l'aide d'un détecteur à barrettes de diodes (DBD).

**ATTENTION — Être vigilant lors du transport, du stockage ou de la manipulation de matériaux explosifs. Éviter toute température élevée, haute pression et électricité statique lors du stockage de matériaux explosifs. Il convient de conserver une petite quantité de matériaux explosifs dans un lieu frais, à l'abri de la lumière et légèrement humide. Les échantillons de sol ne risquent pas d'exploser si la quantité d'explosifs est inférieure à une fraction massique de 1 %.**

## 4 Interférences

Les solvants, les réactifs, la verrerie de laboratoire et tout autre matériel de traitement des échantillons peuvent produire des artefacts et/ou des lignes de base élevées qui faussent l'interprétation des chromatogrammes. Tous ces matériaux doivent donc faire l'objet d'une analyse des blancs de méthode visant à prouver qu'ils ne contiennent ni contaminants ni sources d'interférences.

Le tétryle peut se décomposer dans le méthanol ou l'eau à une température égale ou supérieure à la température ambiante. Avec une colonne C<sub>18</sub>, les produits de dégradation du tétryle apparaissent sous la forme d'un épaulement de 2,4,6-TNT. Dans ce cas, il convient d'utiliser la hauteur de pic plutôt que de la surface de pic pour évaluer le 2,4,6-TNT.

Il convient de ne pas extraire les échantillons contenant de l'acide 2,4,6-trinitrobenzoïque avec de l'acétonitrile car cela peut créer une surestimation du 1,3,5-TNB due à la décarboxylation.

## 5 Réactifs

### 5.1 Généralités

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Ils ne doivent pas contenir de quantités mesurables de substances absorbant les UV susceptibles d'interférer avec le dosage.

### 5.2 Substances chimiques

#### 5.2.1 Eau.

5.2.2 **Acétone**,  $C_3H_6O$ , pour nettoyer les récipients et les instruments.

5.2.3 **Acétonitrile**,  $CH_3CN$ , de qualité CLHP ou équivalent.

5.2.4 **Méthanol**,  $CH_3OH$ , de qualité CLHP ou équivalent.

5.2.5 **Terre de diatomées** ou **sable de mer**, granulé et calciné (pour PLE).

### 5.3 Substances et solutions étalons

#### 5.3.1 Substances étalons

##### 5.3.1.1 Substances de référence

Composés indiqués dans le [Tableau 1](#). [ISO 11916-1:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f71a3db2-e10b-4f2b-827c-015c100025/iso-11916-1-2013)

##### 5.3.1.2 Étalon de contrôle de la méthode

Composé(s) approprié(s) non trouvé(s) dans l'échantillon, par exemple le 2,5-DNT.

#### 5.3.2 Solutions étalons

##### 5.3.2.1 Généralités

Toutes les solutions étalons utilisées dans cette méthode doivent être préparées comme décrit ci-dessous.

NOTE En cas d'utilisation de solutions mères étalons certifiées disponibles dans le commerce ([Tableau 1](#)), les solutions d'étalonnage sont préparées en diluant les solutions mères avec de l'acétonitrile ([5.2.3](#)) ou du méthanol ([5.2.4](#)), respectivement, dans des fioles jaugées.

Les étapes de dilution ne doivent pas dépasser le facteur 100.

##### 5.3.2.2 Solutions mères monosubstances

Pour la préparation, peser  $50 \text{ mg} \pm 0,1 \text{ mg}$  des substances de référence dans des fioles jaugées de 50 ml (échelle: mg/ml), compléter au volume avec de l'acétonitrile ([5.2.3](#)) ou du méthanol ([5.2.4](#)) et les laisser se dissoudre entièrement.

Transférer les solutions mères dans des flacons en verre brun et fermer avec des bouchons à vis garnis de PTFE.

Les solutions mères peuvent être utilisées pendant 1 an si elles sont conservées au réfrigérateur entre  $2^\circ\text{C}$  et  $6^\circ\text{C}$  et à l'abri de la lumière.

### 5.3.2.3 Solutions mères multisubstances

Préparer des solutions mères multisubstances de concentrations différentes à partir des diverses solutions mères monosubstances (5.3.2.2) en les mélangeant et en les diluant avec de l'acétonitrile (5.2.3) ou du méthanol (5.2.4), respectivement.

À des concentrations inférieures à 1 mg/ml, il convient de contrôler les solutions au bout d'une semaine car les substances de référence peuvent se décomposer.

Pour les étalons, au moins cinq niveaux de concentration sont nécessaires.

## 6 Appareillage

### 6.1 Généralités

Matériel courant de laboratoire et éléments suivants.

**6.1.1 Récipients en verre brun équipés de bouchons garnis de polytétrafluoroéthylène (PTFE).**

**6.1.2 Flacons en verre brun équipés de bouchons avec septums garnis de PTFE.**

**6.1.3 Fioles coniques en verre brun**, avec bouchon rodé.

**6.1.4 Tamis de type plaque métallique perforée**, conforme à l'ISO 565.

**6.1.5 Balance analytique**, d'une précision d'au moins 0,1 mg.

**6.1.6 Centrifugeuse de laboratoire**, capable de centrifuger à au moins 1 000g.

**6.1.7 pH-mètre**, pour ajuster le pH de la phase mobile pour CLHP.

**6.1.8 Filtre et disques de filtration appropriés**, d'une porosité de 0,45 µm.

Toute adsorption des analytes cibles doit être évitée. Aucun matériau interférent ne doit être élué. Le PTFE ou le polyamide est recommandé.

### 6.2 Matériel d'extraction

**6.2.1 Bain à ultrasons thermostaté**, 35 Hz, d'une puissance HF efficace d'au moins 140 W.

Bain-marie capable de maintenir la température à  $(30 \pm 5)^\circ\text{C}$  ou  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$  pendant l'extraction aux ultrasons.

**6.2.2 Agitateur mécanique horizontal.**

L'agitateur doit maintenir une fréquence de 100 cycles/min et présenter une largeur d'agitation d'environ 10 cm.

**6.2.3 Appareil de Soxhlet.**

Extracteur, dont la chambre d'extraction et le siphon sont placés dans la chambre à vapeur et adéquatement recouverts, ou extracteur équipé d'une chambre d'extraction chauffée, avec récipient d'ébullition, chauffe-ballons adapté et condensateur à reflux, approprié à l'extraction d'un échantillon de sol de 50 g avec un distillat de solvant chaud par injection complète du matériau d'extraction.



#### 6.2.4 Extracteur sous fluide pressurisé (PLE)

Dispositif d'extraction sous fluide pressurisé, équipé de cartouches d'extraction en acier inoxydable ou en un autre matériau capable de supporter les niveaux de pression (890 hPa/2 000 psi) nécessaires à ce mode opératoire; flacons de collecte des extraits, 40 ml ou 60 ml, préalablement nettoyés, équipés d'un bouchon à vis ouvert au sommet et d'un septum garni de PTFE; disque de filtration, en cellulose ou en fibre de verre; disque d'étanchéité avec opercule.

#### 6.3 Système de chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec DBD

Système CLHP, constitué d'une pompe capable de supporter une pression d'au moins 40 MPa (400 bar), d'une boucle d'injection de 100 µl et d'un détecteur à barrettes de diodes (DBD) ayant une gamme de longueurs d'onde de 200 nm à 400 nm (ou plus).

Il convient que les autres spécifications du système CLHP soient conformes à l'ISO 22478.

### 7 Mode opératoire

#### 7.1 Prétraitement des échantillons, conservation des échantillons et détermination de la teneur en eau

Lors du prélèvement d'un échantillon humide, éliminer les grosses impuretés telles que les résidus végétaux et les pierres. Placer l'échantillon dans un flacon en verre brun et le conserver immédiatement dans un récipient de transport frais et sombre.

Les échantillons de sol doivent être analysés dès que possible.

Lorsque le traitement des échantillons est effectué dans la semaine suivant le prélèvement, stocker l'échantillon à  $(4 \pm 2)$  °C et l'abri de la lumière. Les échantillons conservés plus longtemps (par exemple plus d'une semaine) avant d'être analysés doivent être stockés à 20 °C.

Homogénéiser l'échantillon en le tamisant sur un tamis à ouvertures de 2 mm (6.1.4).

Pour le dosage des composés nitroaromatiques volatils (2-NT, 3-NT, 4-NT, NB), l'échantillon doit être prélevé de façon à réduire au minimum les pertes par évaporation.

Les échantillons principalement prélevés pour le dosage de leurs composés volatils peuvent également être prélevés en les mettant immédiatement (sur site) dans un flacon d'extraction contenant du méthanol puis traités selon 7.2.2 ou 7.2.3. Ces échantillons doivent être pris en compte et considérés comme des échantillons aléatoires non homogénéisés et non tamisés.

Pour calculer la teneur en matière sèche des composés explosifs, déterminer la teneur en matière sèche de l'échantillon de sol humide conformément à l'ISO 11465. Être conscient du risque d'évaporation des contaminants toxiques volatils.

#### 7.2 Extraction

##### 7.2.1 Généralités

Les quatre méthodes d'extraction suivantes peuvent être appliquées:

- extraction aux ultrasons (7.2.2);
- extraction avec agitation mécanique (7.2.3);
- extraction à l'aide d'un appareil de Soxhlet (7.2.4);
- extraction sous fluide pressurisé (7.2.5).

Il est recommandé d'utiliser un étalon de contrôle de la méthode. Les étalons de contrôle de la méthode doivent être ajoutés avant l'extraction. Pour choisir des étalons de contrôle de la méthode appropriés, voir [5.3.1.2](#).

Pour l'analyse du HMX, de l'hexyle et du PETN, il convient d'utiliser de l'acétonitrile ([5.2.3](#)) comme solvant en raison de leur mauvaise solubilité dans le méthanol pur.

### 7.2.2 Extraction aux ultrasons

Prélever environ 20 g de l'échantillon humide et homogénéisé et le peser dans le flacon d'extraction ([6.1.1](#)), à  $\pm 0,1$  g près, et ajouter l'étalon de contrôle de la méthode ([5.3.1.2](#)), s'il est utilisé, selon une gamme de concentration de 1 mg/l à 10 mg/l dans l'extrait final. Ajouter 40 ml  $\pm 0,1$  ml d'acétonitrile ([5.2.3](#)) ou de méthanol ([5.2.4](#)), respectivement, et fermer avec un bouchon garni de PTFE. Agiter brièvement le flacon à la main, puis appliquer une extraction aux ultrasons dans le bain ([6.2.1](#)) pendant 16 h à  $(30 \pm 5)$  °C ou pendant 4 h à  $(50 \pm 5)$  °C.

Pendant l'extraction, il convient que le niveau d'eau du bain soit au moins 1 cm au-dessus du niveau de solvant à l'intérieur des flacons d'extraction.

Après l'extraction aux ultrasons, laisser les particules de sol se déposer pendant 30 min. Ne pas ouvrir le flacon avant qu'il ait refroidi à température ambiante. Si nécessaire, filtrer une aliquote de surnageant à l'aide d'un filtre en PTFE ou en polyamide de 0,45  $\mu\text{m}$  ou centrifuger à 1 000g pendant 20 min.

Avant la filtration, il est recommandé d'humidifier légèrement le filtre avec du solvant.

Le volume total de l'extrait correspond au volume de solvant utilisé pour l'extraction auquel s'ajoute le volume d'eau de l'échantillon de sol.

(standards.iteh.ai)

### 7.2.3 Extraction avec agitation mécanique

Prélever environ 20 g de l'échantillon humide et homogénéisé et le peser dans le flacon d'extraction ([6.1.1](#)), à  $\pm 0,1$  g près, et ajouter l'étalon de contrôle de la méthode ([5.3.1.2](#)), s'il est utilisé, selon une gamme de concentration de 1 mg/l à 10 mg/l dans l'extrait final. Ajouter 40 ml  $\pm 0,1$  ml d'acétonitrile ([5.2.3](#)) ou de méthanol ([5.2.4](#)), respectivement, et fermer avec un bouchon garni de PTFE. Agiter brièvement le flacon à la main puis le placer dans un agitateur mécanique horizontal ([6.2.2](#)) et agiter pendant 16 h.

Après agitation, laisser les particules de sol se déposer au fond du flacon pendant 30 min. Si nécessaire, filtrer une aliquote de surnageant à l'aide d'un filtre en PTFE ou en polyamide de 0,45  $\mu\text{m}$  ou centrifuger à 1 000g pendant 20 min.

Avant la filtration, il est recommandé d'humidifier légèrement le filtre pour seringue avec du solvant.

Le volume total de l'extrait correspond au volume de solvant utilisé pour l'extraction auquel s'ajoute le volume d'eau de l'échantillon de sol.

### 7.2.4 Extraction à l'aide d'un appareil de Soxhlet

L'extraction est effectuée en condition isotherme (l'échantillon est extrait dans la cartouche maintenue à la température d'ébullition) dans un appareil de Soxhlet ([6.2.3](#)).

Pour garantir des conditions de fonctionnement isothermes tout en utilisant un appareil de Soxhlet classique, placer ce dernier sous la chambre à vapeur du solvant. En cas d'utilisation d'un extracteur tel que Soxtec®<sup>1)</sup> ou Büchi-extractor<sup>2)</sup>, le distillat de solvant présent dans la cartouche doit toujours être chauffé jusqu'au point d'ébullition.

Prélever environ 50 g de l'échantillon humide et homogénéisé, le peser dans une cartouche d'extraction, à  $\pm 0,1$  g près, et ajouter l'étalon de contrôle de la méthode (5.3.1.2), s'il est utilisé, selon une gamme de concentration de 1 mg/l à 10 mg/l dans l'extrait final. Insérer la cartouche dans l'extracteur de Soxhlet et ajouter du méthanol (5.2.4) dans le récipient d'ébullition. Pendant l'extraction, il convient que le niveau de liquide dans le conteneur (récipient d'ébullition) ne soit pas inférieur au bord supérieur du chauffe-ballons pour éviter la formation de dépôts sur la paroi intérieure du récipient, qui pourrait provoquer une perte de certains analytes.

Avant l'analyse, vérifier le potentiel d'absorption du matériau de la cartouche d'extraction.

NOTE L'expérience a révélé que l'utilisation de filtres en fibre de verre réduisait la production de TNB. Les cartouches d'extraction en cellulose semblent être les mieux adaptées.

L'extraction est effectuée pendant au moins 4 h. En cas d'utilisation d'un extracteur de Soxhlet, il convient d'atteindre un temps de cycle de 6 min à 8 min. Pendant chaque cycle, le matériau d'extraction doit être entièrement immergé dans le distillat de solvant chaud.

À la fin de l'extraction, laisser l'extrait refroidir à température ambiante puis retirer le condensateur à reflux.

Le volume de l'extrait doit être déterminé ou complété avec le solvant d'extraction.

#### 7.2.5 Extraction sous fluide pressurisé (PLE)

Prélever environ 20 g de l'échantillon humide et homogénéisé, le peser dans un bécher, à  $\pm 0,1$  g près, et ajouter l'étalon de contrôle de la méthode (5.3.1.2), s'il est utilisé, selon une gamme de concentration de 1 mg/l à 10 mg/l dans l'extrait final. Mélanger avec une quantité appropriée de sable ou de terre de diatomées. Transférer tout le contenu du bécher dans la cartouche d'extraction, remplir le volume mort avec de la terre de diatomées ou du sable et fermer la cartouche.

Préparer l'appareil conformément aux instructions du fabricant.

Remplir le récipient à solvant du dispositif avec du méthanol et placer la ou les cartouche(s) préparée(s) et le ou les flacon(s) de collecte de l'extrait à l'intérieur de l'appareil. Régler les paramètres (voir le [Tableau 2](#)).

À la fin de l'extraction, l'extrait est maintenu à une température de 20 °C. Il est inutile de filtrer les extraits car les cartouches d'extraction contiennent des frittés.

Le volume de l'extrait doit être déterminé ou complété avec le solvant d'extraction.

1) Soxtec® est l'appellation commerciale d'un produit fourni par Foss. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

2) Büchi-extractor est l'appellation commerciale d'un produit fourni par BÜCHI Labortechnik AG. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

Tableau 2 — Exemple de paramètres et d'exigences pour l'appareil PLE

Paramètre	Exigence
Solvant	100 % de méthanol
Capacité de la cartouche, en ml	33
Préchauffage, en min	0
Chauffage, en min	5
Statique, en min	15
Rinçage, en % du volume de la cartouche	60
Purge, en s	200
Cycles	1
Pression, en hPa (psi)	890 (2 000)
Température, en °C	100

### 7.3 Conservation de l'extrait

Si l'extrait d'acétonitrile ou de méthanol ne peut pas être analysé immédiatement, il doit être conservé au réfrigérateur à  $(4 \pm 2)$  °C et à l'abri de la lumière. En cas de précipitation, s'assurer que le précipité est à nouveau dissous avant de l'analyser, par exemple en effectuant un passage aux ultrasons.

## 8 Analyse par chromatographie liquide à haute performance

### 8.1 Généralités

La séparation des analytes est effectuée à l'aide d'un chromatographe liquide à haute performance à polarité de phase inversée équipé d'une colonne appropriée et d'une détection UV utilisant un détecteur à barrettes de diodes (DBD).

Un volume défini de l'extrait d'acétonitrile ou de méthanol, préparé selon l'Article 7, doit être injecté dans le système de CLHP. Le volume injecté doit être identique pour l'extrait et pour les étalons. Les paramètres de l'appareil sont optimisés et ajustés conformément aux instructions du fabricant.

### 8.2 Système de chromatographie liquide à haute performance

#### 8.2.1 Chromatographe liquide à haute performance (CLHP)

##### 8.2.1.1 Généralités

Optimiser le chromatographe liquide à haute performance de façon à obtenir une séparation des analytes coéluant avec un facteur de séparation d'au moins 1,3 (voir l'Annexe B).

##### 8.2.1.2 Phase stationnaire

Pour séparer les composés répertoriés dans le Tableau 1, utiliser des colonnes thermostatées remplies de matériau à polarité de phase inversée.

**NOTE** Si nécessaire, pour des raisons de contrôle, répéter la séparation chromatographique en utilisant une colonne ayant une sélectivité différente; il est recommandé d'utiliser une colonne CN à polarité de phase inversée ou une colonne phényle-hexyle à polarité de phase inversée.