

---

---

**Qualité du sol — Dosage d'une sélection  
de composés organostanniques —  
Méthode par chromatographie en phase  
gazeuse**

*Soil quality — Determination of selected organotin compounds — Gas-  
chromatographic method*

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

[ISO 23161:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-  
9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009)



**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 23161:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2009

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction.....	v
<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>Termes et définitions .....</b>	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Principe.....</b>	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Réactifs.....</b>	<b>4</b>
<b>5.1</b> <b>Généralités .....</b>	<b>4</b>
<b>5.2</b> <b>Produits chimiques .....</b>	<b>5</b>
<b>5.3</b> <b>Étalons.....</b>	<b>5</b>
<b>5.4</b> <b>Préparation des réactifs et des solutions.....</b>	<b>6</b>
<b>5.5</b> <b>Purification .....</b>	<b>7</b>
<b>6</b> <b>Appareillage .....</b>	<b>8</b>
<b>6.1</b> <b>Exigences générales .....</b>	<b>8</b>
<b>6.2</b> <b>Appareillage d'échantillonnage .....</b>	<b>8</b>
<b>6.3</b> <b>Appareillage supplémentaire .....</b>	<b>9</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire.....</b>	<b>9</b>
<b>7.1</b> <b>Échantillonnage et prétraitement des échantillons .....</b>	<b>9</b>
<b>7.2</b> <b>Extraction de l'échantillon .....</b>	<b>10</b>
<b>7.3</b> <b>Purification de l'extrait.....</b>	<b>11</b>
<b>7.4</b> <b>Détermination de la masse sèche.....</b>	<b>12</b>
<b>7.5</b> <b>Mesurage.....</b>	<b>12</b>
<b>8</b> <b>Étalonnage .....</b>	<b>13</b>
<b>9</b> <b>Taux de récupération des composés étalons internes .....</b>	<b>14</b>
<b>10</b> <b>Quantification .....</b>	<b>14</b>
<b>11</b> <b>Expression des résultats .....</b>	<b>15</b>
<b>12</b> <b>Fidélité .....</b>	<b>15</b>
<b>13</b> <b>Rapport d'essai.....</b>	<b>15</b>
<b>Annexe A (informative) Informations sur le mode opératoire .....</b>	<b>16</b>
<b>Annexe B (informative) Modes opératoires de purification supplémentaires .....</b>	<b>18</b>
<b>Annexe C (informative) Informations concernant les conditions instrumentales types .....</b>	<b>21</b>
<b>Annexe D (informative) Informations concernant l'identification GC-MS .....</b>	<b>32</b>
<b>Annexe E (informative) Données de validation.....</b>	<b>34</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>38</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 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 23161 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 23161:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009>

## Introduction

Il est absolument essentiel que les essais effectués conformément à la présente Norme internationale soient réalisés par du personnel compétent et qualifié.

Il peut être noté si, et dans quelle mesure, la spécification de conditions limites supplémentaires sera nécessaire en cas de problèmes particuliers.

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

[ISO 23161:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009>

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

ISO 23161:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009>

# Qualité du sol — Dosage d'une sélection de composés organostanniques — 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 l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'identification et de quantification des composés organostanniques (OTC) dans les sols comme spécifié dans le Tableau 1. Cette méthode est également applicable aux échantillons de sédiments, de boues et de déchets (matières semblables au sol). La plage de travail dépend de la technique de détection utilisée et de la quantité d'échantillon prélevée pour l'analyse. La limite de quantification applicable à chaque composé est d'environ 10 µg/kg.

**Tableau 1 — Composés organostanniques pouvant être dosés conformément à la présente Norme internationale**

$R_n\text{Sn}^{(4-n)+}$	R	n	Nom	Acronyme
<b>Cations organostanniques<sup>a</sup></b>				
$\text{BuSn}^{3+}$	Butyle	1	Cation monobutylétain	MBT
$\text{Bu}_2\text{Sn}^{2+}$	Butyle	2	Cation dibutylétain	DBT
$\text{Bu}_3\text{Sn}^+$	Butyle	3	Cation tributylétain	TBT
$\text{OcSn}^{3+}$	Octyle	1	Cation monoocetylétain	MOT
$\text{Oc}_2\text{Sn}^{2+}$	Octyle	2	Cation dioctylétain	DOT
$\text{Ph}_3\text{Sn}^+$	Phényle	3	Cation triphénylétain	TPhT
$\text{Cy}_3\text{Sn}^+$	Cyclohexyle	3	Cation tricyclohexylétain	TCyT
<b>Composé organostannique peralkylé</b>				
$\text{Bu}_4\text{Sn}$	Butyle	4	Tétra-butylétain	TTBT
<sup>a</sup> Les composés organostanniques sont dosés après dérivation.				

**NOTE** Lorsque cette méthode est utilisée pour doser d'autres composés organostanniques non spécifiés dans le domaine d'application, son adéquation est démontrée par des expériences de validation interne appropriées, par exemple pour le dosage des composés de méthylétain. Voir Tableau 2. Il est peu probable que les cations de méthylétain s'évaporent de solvants aqueux, mais les composés peralkylés de méthylétain sont volatils et sujets à des pertes (voir C.3). Par conséquent, des précautions supplémentaires sont mises en œuvre.

Tableau 2 — Composés de méthylétain

$R_n\text{Sn}^{(4-n)+}$	R	$n$	Nom	Acronyme
$\text{MeSn}^{3+}$	Méthyle	1	Cation monométhylétain	MMT
$\text{Me}_2\text{Sn}^{2+}$	Méthyle	2	Cation diméthylétain	DMT
$\text{Me}_3\text{Sn}^+$	Méthyle	3	Cation triméthylétain	TMT

Les cations organostanniques peuvent être dosés conformément à la présente Norme internationale uniquement après dérivation. La partie anionique liée au cation organostannique dépend principalement de l'environnement chimique et n'est pas déterminée par cette méthode. Les composés organostanniques peralkylés se comportent de manière totalement différente de leurs composés parents. Les composés organostanniques tétraalkylés comme le tétraabutylétain, qui sont déjà peralkylés, sont dosés directement, sans dérivation.

Les caractéristiques telles que la granulométrie, la teneur en eau, la teneur en matière organique des solides à analyser à l'aide de la présente Norme internationale varient beaucoup. Le prétraitement des échantillons est conçu de manière adéquate par rapport aux propriétés des composés organostanniques ainsi qu'à la matrice à analyser.

## 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0dc782-7522-4002-9159-5d9946098cc4/iso-23161-2009>

ISO 16720, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons par lyophilisation pour analyse subséquente*

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

## 3 Termes et définitions

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

- 3.1 composé organostannique**  
substance comportant de 1 à 4 liaisons Sn-C
- NOTE Le nombre des liaisons Sn-C détermine le degré de substitution.
- 3.2 cation organostannique**  
partie du composé organostannique (3.1) qui contient toutes les liaisons Sn-C et qui est chargée formellement
- 3.3 dérivé de cation organostannique**  
composé organostannique tétrasubstitué non dissocié produit par dérivation
- 3.4 solide**  
sol, sédiment, boue et déchet (matière semblable au sol)



## 4 Principe

Les composés organostanniques ioniques et non ioniques (voir Tableau 1) nécessitent un prétraitement de l'échantillon différent ainsi qu'une préparation de l'échantillon. Pour le dosage des cations organostanniques, les échantillons pour laboratoire sont prétraités par lyophilisation et rectification. Ce mode opératoire permet d'obtenir l'homogénéité de l'échantillon. Le dosage du TTBT non ionique ne peut être réalisé sur des matières lyophilisées du fait de pertes par évaporation. Par conséquent, il doit être effectué sur l'échantillon humide in situ. Les cations organostanniques ne peuvent être dosés qu'après dérivation, tandis que le TTBT est déjà peralkylé et peut être dosé sans dérivation (voir le schéma fonctionnel à la Figure 1).

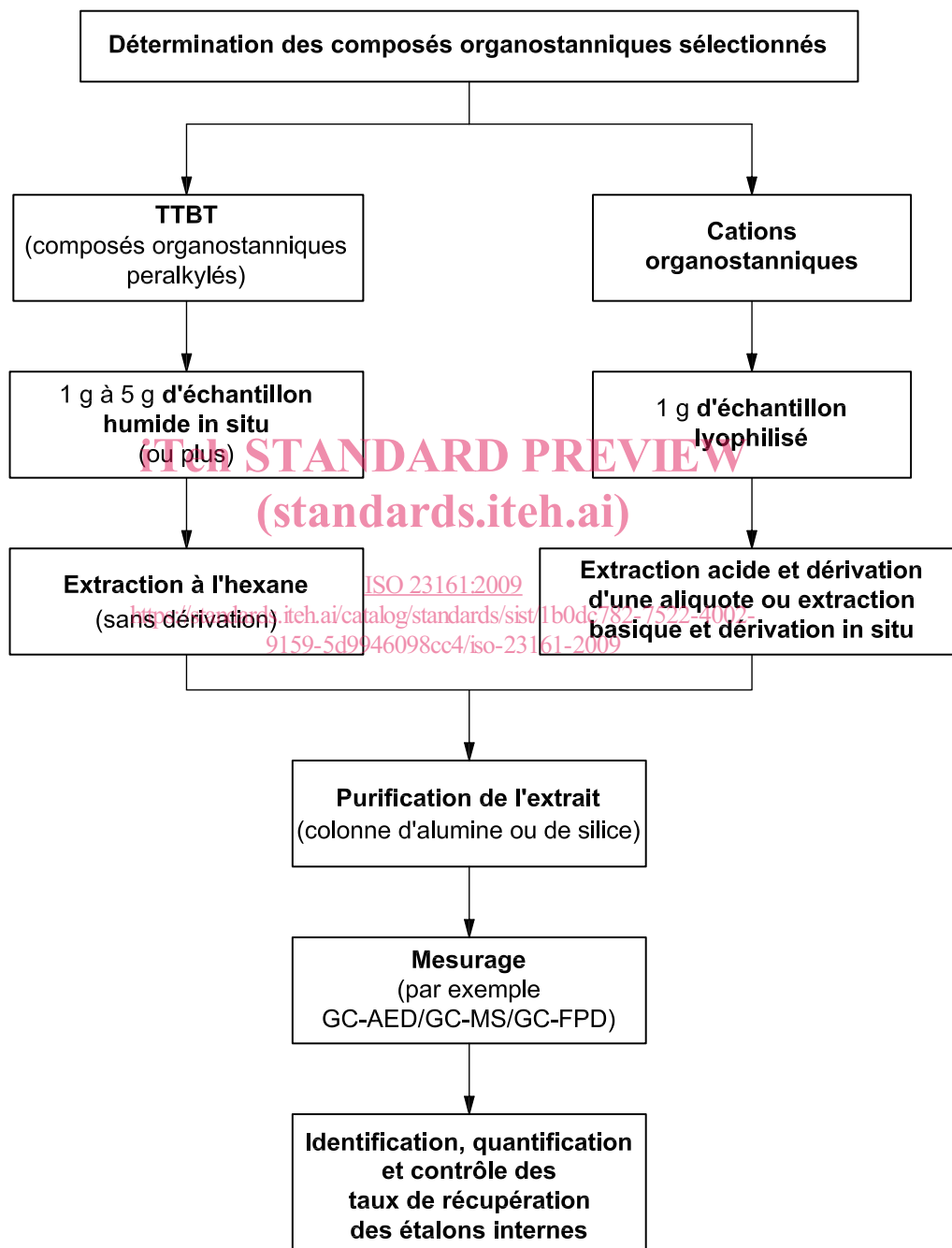


Figure 1 — Schéma fonctionnel pour le prétraitement et l'analyse des composés organostanniques sélectionnés

Deux méthodes d'extraction possibles sont données pour le dosage des composés organostanniques, toutes deux étant suivies par une dérivation in situ avec un composé de tétraéthylborate et une extraction simultanée par l'hexane:

- a) traitement par acide acétique;
- b) traitement par hydroxyde de potassium méthanolique.

NOTE 1 S'il est nécessaire de prélever une quantité importante d'échantillon, l'extraction et la dérivation peuvent être réalisées en deux étapes. Une aliquote de l'extrait peut être utilisée pour la dérivation. Cela s'applique également à des échantillons ayant un niveau élevé de contamination par les OTC.

NOTE 2 Lors de la dérivation in situ, la phase solide est toujours présente. Elle favorise l'extraction en permettant un changement en continu des cations organostanniques polaires en dérivés de cations organostanniques non polaires. Les méthodes in situ peuvent améliorer l'efficacité de l'extraction en particulier pour les composés organostanniques monoalkylés.

NOTE 3 D'autres techniques d'extraction peuvent être appliquées si une efficacité comparable de l'extraction est obtenue.

NOTE 4 Le traitement par hydroxyde de potassium assure un certain degré de digestion et il est surtout recommandé quand le solide a une teneur élevée en matières biologiques et organiques.

Le mélange d'étalons internes comprend quatre composés représentant quatre états d'alkylation afin de reproduire le comportement des composés cibles. Après alkylation, ces composés couvrent une plage étendue de volatilité. Il convient qu'une récupération d'au moins 80 % des composés d'étalons internes soit obtenue pour la dérivation/extraction ainsi que pour chaque étape de la purification. (Pour plus d'informations, voir A.3.) Le tétraalkylborate est très réactif et va alkyler également d'autres composés dans la matrice. Ces composés (y compris les boroxines) peuvent interférer avec les composés cibles au moment du dosage par chromatographie en phase gazeuse et influencer sur la détection. Afin de protéger la colonne et d'éviter les interférences chromatographiques, la plupart des échantillons doivent subir une étape de pré-purification. La purification sur silice ou alumine constitue une exigence minimale et, si nécessaire, des étapes supplémentaires de purification (par exemple sur alumine/nitrate d'argent, sur silice/nitrate d'argent, sur cuivre pyrogène; voir l'Annexe B), peuvent être effectuées.

Le dosage des composés organostanniques tétrasubstitués est effectué après les étapes de purification et de concentration par séparation sur la colonne capillaire d'un chromatographe en phase gazeuse et détection à l'aide d'un système adapté [spectrométrie de masse (MS), spectrométrie de masse en tandem (MS-MS), photométrie de flamme (FPD), spectrométrie d'absorption atomique (AAS), détection par émission atomique (AED), plasma à couplage inductif avec détection par spectrométrie de masse (ICP-MS)]. Les concentrations sont déterminées par étalonnage sur l'ensemble du mode opératoire à l'aide des solutions aqueuses d'étalonnage à composants multiples conformément à 5.4.3.

## 5 Réactifs

### 5.1 Généralités

Utiliser des réactifs ultrapurs, et de qualité propre aux pesticides ou meilleure. Les réactifs peuvent contenir des impuretés de composés organostanniques. Il est absolument essentiel de contrôler les blancs.

L'eau doit être exempte d'interférences. Utiliser de l'eau de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

## 5.2 Produits chimiques

- 5.2.1 **Acide acétique**,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , glacial.
- 5.2.2 **Solution d'hydroxyde de sodium**,  $\text{NaOH}$ , 40 % (*m/V*).
- 5.2.3 **Acétate de sodium**,  $\text{CH}_3\text{COONa}$ .
- 5.2.4 **Sulfate de sodium**,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , anhydre.
- 5.2.5 **Hydroxyde de potassium**,  $\text{KOH}$ .
- 5.2.6 **Gel de silice**, granulométrie de 0,085 mm à 0,28 mm (63 mesh à 200 mesh).
- 5.2.7 **Alumine**,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , alcaline.
- 5.2.8 **Tétrahydrofurane (THF)**,  $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$ , exempt de peroxydes et d'eau.
- 5.2.9 **Acétone**,  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ .
- 5.2.10 **Hexane**,  $\text{C}_6\text{H}_{14}$ .

NOTE Le *n*-hexane ainsi que le 2-méthylpentane (isohexane) ont été jugés appropriés.

- 5.2.11 **Composé de tétraéthylborate, par exemple tétraéthylborate de sodium**,  $\text{NaB}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ .

NOTE L'espèce active lors de la dérivation est l'anion tétraéthylborate. Le choix du cation est arbitraire. Le tétraéthylborate de sodium a été choisi parce qu'il est disponible dans le commerce. En principe, n'importe quel autre composé de tétraéthylborate peut être utilisé pour l'analyse, y compris des complexes formés avec du THF. Une synthèse simple et rapide d'un agent de dérivation approprié est décrite en A.10.

**AVERTISSEMENT — Le tétraéthylborate de sodium peut contenir des traces de triéthylbore qui peuvent provoquer une combustion spontanée.**

- 5.2.12 **Méthanol**,  $\text{CH}_3\text{OH}$ .

- 5.2.13 **Dichlorométhane**,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ .

## 5.3 Étalons

**AVERTISSEMENT — L'effet toxicologique des composés organostanniques sur les mammifères varie beaucoup en fonction du stade d'alkylation et du type de groupe alkyle. Les réactifs doivent être manipulés avec précaution en toutes circonstances.**

Le Tableau 3 liste les étalons utilisés pour l'étalonnage des composés cibles (solution A), les étalons internes (solution B) et de l'étalon d'injection (solution C). Il contient des informations supplémentaires concernant les facteurs de pondération pour le calcul des cations organostanniques (correspondant à une pureté des substances de 100 %).

Tableau 3 — Étalons et étalons internes pour l'étalonnage des composés cibles

N °	Étalon	Abréviation	Formule	N ° CAS <sup>a</sup>	FP <sup>b</sup>	Solution <sup>c</sup>
5.3.1	Trichlorure de monobutylétain	MBTCI	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SnCl <sub>3</sub>	1118-46-3	0,623	A
5.3.2	Dichlorure de dibutylétain	DBTCI	(C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ) <sub>2</sub> SnCl <sub>2</sub>	683-18-1	0,767	A
5.3.3	Chlorure de tributylétain	TBTCI	(C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ) <sub>3</sub> SnCl	1461-22-9	0,891	A
5.3.4	Tétra-butylétain	TTBT	(C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ) <sub>4</sub> Sn	1461-25-2	1,000	A
5.3.5	Trichlorure de mono-octylétain	MOTCI	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> SnCl <sub>3</sub>	3091-25-6	0,686	A
5.3.6	Dichlorure de dioctylétain	DOTCI	(C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> ) <sub>2</sub> SnCl <sub>2</sub>	3542-36-7	0,830	A
5.3.7	Chlorure de triphénylétain	TPhTCI	(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> SnCl	639-58-7	0,908	A
5.3.8	Chlorure de tricyclohexylétain	TCyTCI	(C <sub>6</sub> H <sub>11</sub> ) <sub>3</sub> SnCl	3091-32-5	0,912	A
<b>Étalons internes</b>						
5.3.9	Trichlorure de monoheptylétain	MHTCI	C <sub>7</sub> H <sub>15</sub> SnCl <sub>3</sub>	59344-47-7	0,672	B
5.3.10	Dichlorure de diheptylétain	DHTCI	(C <sub>7</sub> H <sub>15</sub> ) <sub>2</sub> SnCl <sub>2</sub>	74340-12-8	0,817	B
5.3.11	Chlorure de tripropylétain	TPTCI	(C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ) <sub>3</sub> SnCl	2279-76-7	0,875	B
5.3.12	Tétrapropylétain	TTPT	(C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ) <sub>4</sub> Sn	2176-98-9	1,000	B
5.3.13	Tétrapentylétain	TTPeT	(C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> ) <sub>4</sub> Sn	3765-65-9	1,000	C
<sup>a</sup> Numéro d'enregistrement des résumés analytiques de chimie. <sup>b</sup> FP = Facteur de pondération = Masse molaire du cation organostannique/masse molaire du composé organostannique. <sup>c</sup> A pour la solution étalon à composants multiples dans du méthanol. B pour la solution des étalons internes dans du méthanol. C pour la solution d'étalons d'injection dans de l'hexane.						

## 5.4 Préparation des réactifs et des solutions

### 5.4.1 Exigences générales

Préparer ce qui suit (voir aussi le Tableau 3):

- une solution étalon mère A à composants multiples dans du méthanol (par exemple 1 mg/ml);
- des solutions étalons de dopage à composants multiples pour étalonnage en diluant la solution A avec du méthanol;
- une solution mère B des étalons internes dans du méthanol (par exemple 1 mg/ml);
- une solution de dopage des étalons internes en diluant la solution B avec du méthanol (par exemple 100 ng/ml);
- une solution mère C d'étalon d'injection dans du méthanol (par exemple 2 mg/ml);
- une solution étalon d'injection en diluant la solution C (par exemple 2 µg/ml).

### 5.4.2 Solution à blanc

Ajouter 20 ml d'eau (5.1) dans une fiole Erlenmeyer à col rodé ou un flacon à bouchon à vis [garni de polytétrafluoroéthylène (PTFE)].

### 5.4.3 Solutions aqueuses d'étalonnage (solution à composants multiples de composés organostanniques dans de l'eau)

Pour chaque plage de travail, préparer au moins six solutions d'étalonnage, à des niveaux de concentration appropriés.

Ajouter 20 ml d'eau (5.1) dans une fiole Erlenmeyer à col rodé ou un flacon à bouchon à vis (garni de PTFE). Sous agitation vigoureuse, transférer à la pipette un volume approprié de la solution de dopage respective en dessous de la surface et s'assurer que la solution de dopage est correctement répartie dans l'eau. Agiter pendant 20 min supplémentaires.

### 5.4.4 Solution d'hydroxyde de potassium méthanolique

Préparer une solution d'hydroxyde de potassium (5.2.5) à 25 % (*m/V*) dans du méthanol (5.2.12). Cela constitue la solution d'hydroxyde de potassium méthanolique.

### 5.4.5 Solution tampon d'acétate

Dissoudre environ 1 mol d'acétate de sodium (équivalent à 82 g d'acétate de sodium anhydre) (5.2.3) dans 500 ml d'eau (5.1) dans une fiole jaugée de 1 l. Ajouter suffisamment d'acide acétique glacial (5.2.1) pour ajuster le pH à 4,5. Compléter au volume avec de l'eau (5.1) et homogénéiser.

### 5.4.6 Mélange de solvants

Préparer un mélange solvant d'acide acétique, de méthanol et d'eau à un rapport volumique de 1:1:1.

### 5.4.7 Agent de dérivation

(standards.iteh.ai)

Préparer une solution à environ 10 % (*m/V*) de composé de tétraéthylborate (5.2.11) dans du tétrahydrofurane (5.2.8).

NOTE Cette solution est stable pendant environ trois mois si elle est conservée sous une couche de gaz inerte.

## 5.5 Purification

### 5.5.1 Exigences générales

Au minimum, une purification sur silice ou alumine doit être effectuée. Des étapes supplémentaires de purification (par exemple sur alumine/nitrate d'argent, sur silice/nitrate d'argent, sur cuivre pyrogène) peuvent être effectuées si nécessaire (voir Annexe B). Une récupération supérieure à 80 % des étalons internes et des composés cibles doit être obtenue pour chaque étape de purification.

### 5.5.2 Gel de silice pour la colonne de purification

Chauffer le gel de silice (5.2.6) pendant au moins 12 h à  $(500 \pm 20)$  °C sur une plaque en quartz dans un four à moufle. S'assurer 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 en verre à col large et laisser refroidir jusqu'à 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 dans un agitateur.

### 5.5.3 Alumine pour la colonne de purification

Activer l'alumine (5.2.7) en la chauffant à 600 °C pendant au moins 24 h.