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

Partie 2:

**Méthode utilisant la chromatographie
en phase gazeuse (CG) avec détection à
capture d'électrons (DCE) ou détection
par spectrométrie de masse (SM)**

ISO 11916-2:2013
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9da478d-8258-41fc-b68e-27970575be56/iso-11916-2-2013>

*Soil quality — Determination of selected explosives and related
compounds —*

*Part 2: Method using gas chromatography (GC) with electron capture
detection (ECD) or mass spectrometric detection (MS)*



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11916-2:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9da478d-8258-41fc-b68e-27970575be56/iso-11916-2-2013>



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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|-----------|
| Avant-propos | iv |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 2 |
| 3 Principe | 2 |
| 4 Interférences | 2 |
| 5 Réactifs | 2 |
| 5.1 Généralités..... | 2 |
| 5.2 Substances chimiques..... | 3 |
| 5.3 Substances et solutions étalons..... | 3 |
| 6 Appareillage | 4 |
| 6.1 Généralités..... | 4 |
| 6.2 Matériel d'extraction..... | 4 |
| 6.3 Matériel de remise en solution (échange de solvant)..... | 5 |
| 6.4 Système de chromatographie en phase gazeuse (CG) avec DCE ou SM..... | 5 |
| 7 Mode opératoire | 5 |
| 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 |
| 8 Analyse par chromatographie en phase gazeuse | 8 |
| 8.1 Généralités..... | 8 |
| 8.2 Système de chromatographie en phase gazeuse..... | 8 |
| 8.3 Étalonnage..... | 9 |
| 8.4 Identification et quantification..... | 10 |
| 9 Calcul des résultats | 11 |
| 9.1 Généralités..... | 11 |
| 9.2 Calcul..... | 11 |
| 10 Assurance qualité | 12 |
| 11 Expression des résultats | 13 |
| 12 Rapport d'essai | 13 |
| Annexe A (informative) Conditions de CG/DCE | 14 |
| Annexe B (informative) Conditions de CG/SM | 17 |
| Annexe C (informative) Données de fidélité | 19 |
| Bibliographie | 26 |

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.

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.

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 de composés explosifs et de composés apparentés*:

- *Partie 1: Méthode utilisant la chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection ultraviolet (UV)*
- *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 2:

Méthode utilisant la chromatographie en phase gazeuse (CG) avec détection à capture d'électrons (DCE) ou détection par spectrométrie de masse (SM)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11916 spécifie la quantification de composés explosifs et apparentés (composés nitroaromatiques et nitrosamines, 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 par chromatographie en phase gazeuse (CG) avec détection à capture d'électrons (DCE) ou détection par spectrométrie de masse (SM).

La présente partie de l'ISO 11916 peut être utilisée lorsqu'il est nécessaire d'effectuer une identification fiable et spécifique des composés à un faible niveau de détection, par exemple pour évaluer le potentiel toxique de sols contaminés par le 2,6-DNT.

Dans les conditions spécifiées dans la présente partie de l'ISO 11916, des concentrations aussi faibles que 0,05 mg/kg de matière sèche peuvent être déterminées, selon la substance. Des composés similaires peuvent être analysés avec cette méthode. Cela est néanmoins à valider expérimentalement.

Cette méthode ne convient à l'analyse de l'hexogène (RDX), de l'octogène (HMX), de l'hexyle, du tétryle et du nitropenta (PETN).

Tableau 1 — Explosifs sélectionnés et composés apparentés (nitroaromatiques et nitrosamines) destinés à l'analyse

| Composé | Abréviation | CAS-RN ^a |
|---|-------------|---------------------|
| Nitrobenzène | NB | 98-95-3 |
| 1,3,5-Trinitrobenzène ^b | 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 |
| 3,4-Dinitrotoluène | 3,4-DNT | 610-39-9 |
| 2,4,6-Trinitrotoluène | 2,4,6-TNT | 118-96-7 |
| 4-Amino-2,6-dinitrotoluène | 4-A-2,6-DNT | 1946-51-0 |
| 2-Amino-4,6-dinitrotoluène | 2-A-4,6-DNT | 35572-78-2 |
| ^a CAS-RN: Chemical Abstracts Service-Registry Number (Numéro de registre du Chemical Abstracts Service). ^b Le 1,3,5-TNB a donné de mauvais résultats d'essai interlaboratoires et son 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 22892, *Qualité du sol — Lignes directrices pour l'identification de composés cibles par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse*

3 Principe

Les matériaux explosifs présents dans les sols sont extraits avec 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).

Avec une extraction liquide/liquide, les analytes sont extraits à partir de l'extrait méthanolique dans du toluène. Les traces de méthanol dans la phase organique sont ensuite lavées à l'eau et éliminées. La phase toluénique est séchée, reconstituée, diluée (si nécessaire) et injectée directement dans un chromatographe en phase gazeuse (CG) sur colonne capillaire. Les analytes sont détectés par détection à capture d'électrons (DCE) ou par spectrométrie de masse (SM).

Pour identifier les substances, la séparation est effectuée sur deux colonnes de polarité différente et la détection par DCE (l'injection simultanée et l'utilisation de deux DCE est recommandée) ou l'identification est réalisée par SM avec des spectres de masse caractéristiques et des ions fragmentaires courants.

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 artéfacts 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.

5 Réactifs

5.1 Généralités

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

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 **Méthanol**, CH_3OH .

5.2.4 **Toluène**, $C_6H_5CH_3$.

5.2.5 **Chlorure de sodium**, $NaCl$, pour la séparation des phases.

5.2.6 **Sulfate de sodium**, Na_2SO_4 , anhydre.

5.2.7 **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](#).

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 du toluène ([5.2.4](#)) ou du méthanol ([5.2.3](#)), 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 du toluène ([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°C et 6°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 du toluène ([5.2.4](#)).

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 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9da478d-8258-41fc-b68e-27970575be56/iso-11916-2-2013>

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. Autres éléments du PLE: 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 Matériel de remise en solution (échange de solvant)

Microséparateur, pour absorber l'extrait toluénique.

6.4 Système de chromatographie en phase gazeuse (CG) avec DCE ou SM

Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un système d'injection non discriminant, de colonnes capillaires appropriées et d'un ou de plusieurs détecteur(s) à capture d'électrons (DCE) ou d'un détecteur par spectrométrie de masse (SM).

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 ± 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.

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 de méthanol (5.2.3) 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 ± 5) °C ou pendant 4 h à (50 ± 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 μm 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.

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 de méthanol (5.2.3) 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 pendant 30 min. Si nécessaire, filtrer une aliquote de surnageant à l'aide d'un filtre en PTFE ou en polyamide de 0,45 μm 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^{®1)} ou Büchi-extractor²⁾, 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 (5.2.3) 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, car cela pourrait provoquer une perte de certains analytes.

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.

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 du méthanol.

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 du méthanol.

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 |

7.2.6 Remise en solution (échange de solvant)

À l'aide d'une pipette, introduire 10 ml de toluène (5.2.4) dans un flacon de réactif et ajouter une aliquote définie de l'extrait méthanolique. Ajouter de l'eau au mélange ci-dessus selon un rapport volumique d'au moins 7:1 (eau:extrait méthanolique), fermer, agiter énergiquement et attendre que les phases se séparent (cela peut prendre plusieurs heures).

Si des difficultés sont rencontrées pendant la séparation des phases toluène et eau méthanolique, le volume du flacon doit être complété avec une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium (5.2.5). Les phases se séparent alors en quelques heures.

NOTE L'effet du relargage sur l'équilibre de distribution des analytes dans les phases a été soumis à essai et peut être négligé.

Si nécessaire, la séparation des phases peut également être effectuée par centrifugation. Pendant la centrifugation, les tubes doivent être fermés pour éviter toute perte des analytes volatils et du solvant.

Il est recommandé d'utiliser un microséparateur pour séparer la phase toluène.

Transférer la phase toluène dans un petit flacon en verre contenant du sulfate de sodium anhydre (5.2.6). Analyser ensuite l'extrait de toluène séché.

7.3 Conservation de l'extrait

Si l'extrait toluénique ne peut pas être analysé immédiatement, il doit être conservé au réfrigérateur à (4 ± 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 en phase gazeuse

8.1 Généralités

Les analytes sont séparés en utilisant un chromatographe en phase gazeuse sur colonne capillaire à haute résolution équipé de colonnes appropriées et sont détectés par un détecteur à capture d'électrons (DCE) ou par spectrométrie de masse (SM).

Un volume défini de l'extrait, préparé selon l'Article 7, doit être injecté dans le système de chromatographie en phase gazeuse. Le volume injecté doit être identique pour l'extrait et pour les étalons.

En cas d'utilisation d'un DCE, la technique à deux colonnes (deux colonnes de polarité différente) doit être appliquée. Dans ce cas, l'injection simultanée est recommandée (voir la NOTE). En cas d'utilisation de la SM spécifique seule, une colonne de séparation apolaire est requise.

NOTE Avec le DCE, il est recommandé d'utiliser un chromatographe en phase gazeuse équipé de deux détecteurs et d'appliquer l'injection simultanée. L'avantage de cette technique est l'économie de temps. Cependant, la technique d'injection simultanée ne permet pas d'optimiser le programme de température pour chaque colonne.

Les paramètres de l'appareil sont optimisés et ajustés conformément aux instructions du fabricant.

8.2 Système de chromatographie en phase gazeuse

8.2.1 Chromatographe en phase gazeuse (CG)

Optimiser le chromatographe en phase gazeuse (6.4) de façon que la séparation des analytes soit effectuée avec un facteur de séparation d'au moins 1,3 (voir les Annexes A et B).

Le système d'injection doit garantir l'injection des analytes sans discrimination.

8.2.2 Détecteur

8.2.2.1 Détecteur à capture d'électrons (DCE)

Le DCE doit être utilisé de façon à optimiser la sensibilité de l'installation. Optimiser les conditions de linéarité de réponse du détecteur en fonction des réglages par défaut (définis par le fabricant) (voir l'Annexe A).