
**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 23161:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53e45795-5755-4a42-8fb5-cc6547da076c/iso-23161-2018)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53e45795-5755-4a42-8fb5-
cc6547da076c/iso-23161-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53e45795-5755-4a42-8fb5-cc6547da076c/iso-23161-2018)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 23161:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53e45795-5755-4a42-8fb5-cc6547da076c/iso-23161-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Réactifs	4
5.1 Généralités.....	4
5.2 Produits chimiques.....	4
5.3 Étalons.....	5
5.4 Préparation des réactifs et des solutions.....	6
5.4.1 Exigences générales.....	6
5.4.2 Solution à blanc.....	7
5.4.3 Solutions aqueuses d'étalonnage (solution multi-composants de composés organostanniques dans de l'eau).....	7
5.4.4 Solution d'hydroxyde de potassium méthanolique.....	7
5.4.5 Solution tampon d'acétate.....	7
5.4.6 Mélange de solvants.....	7
5.4.7 Agent de dérivation.....	7
5.5 Purification.....	7
5.5.1 Exigences générales.....	7
5.5.2 Gel de silice pour la colonne de purification.....	8
5.5.3 Alumine pour la colonne de purification.....	8
5.5.4 Colonne de purification.....	8
5.5.5 Éluant pour la purification de l'extrait sur silice.....	8
5.5.6 Éluant pour la purification de l'extrait sur alumine.....	8
6 Appareillage	8
7 Mode opératoire	10
7.1 Échantillonnage et prétraitement des échantillons.....	10
7.2 Extraction de l'échantillon.....	10
7.2.1 Généralités.....	10
7.2.2 Extraction acide et dérivation d'une aliquote.....	10
7.2.3 Traitement alcalin et dérivation <i>in situ</i>	11
7.2.4 Dosage séparé du TTBT dans l'échantillon humide non prétraité.....	11
7.3 Purification de l'extrait.....	11
7.3.1 Généralités.....	11
7.3.2 Purification sur silice et alumine.....	12
7.4 Détermination de la matière sèche.....	12
7.5 Mesurage.....	12
7.5.1 Séparation par chromatographie en phase gazeuse.....	12
7.5.2 Détection et identification.....	13
8 Étalonnage	13
9 Taux de récupération des composés étalons internes	14
10 Quantification	15
11 Expression des résultats	16
12 Validation	16
13 Rapport d'essai	16
Annexe A (informative) Informations sur le mode opératoire	17
Annexe B (informative) Modes opératoires de purification supplémentaires	19

Annexe C (informative) Informations concernant les conditions instrumentales types	22
Annexe D (informative) Informations concernant l'identification GC-MS	34
Annexe E (informative) Données de performance	36
Bibliographie	39

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 23161:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53e45795-5755-4a42-8fb5-cc6547da076c/iso-23161-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53e45795-5755-4a42-8fb5-cc6547da076c/iso-23161-2018>

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 23161:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- la note de [l'Article 1](#) (transformée en corps de texte) et le [Tableau 2](#) ont été déplacés à [l'Article 4](#);
- l'ancienne Note 4 de [l'Article 4](#) a été modifiée en corps de texte et déplacée avant la Note 1;
- d'autres modes opératoires de prétraitement autorisés ont été ajoutés à [l'Article 4](#) et en [7.1](#);
- l'ancienne deuxième phrase de [5.5.5](#) a été modifiée en Note;
- les conditions de conservation ont été modifiées pour être cohérentes par rapport à l'ISO 5667-15;
- la Bibliographie a été mise à jour.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23161:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53e45795-5755-4a42-8fb5-cc6547da076c/iso-23161-2018>

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

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate. Il peut être noté si, et dans quelle mesure, la spécification de conditions limites supplémentaires sera nécessaire en cas de problèmes particuliers.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'identification et de quantification des composés organostanniques (OTC) dans les sols comme spécifié dans le [Tableau 1](#).

Le présent document 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

$R_n\text{Sn}^{(4-n)+}$	R	n	Nom	Acronyme
Cations organostanniques^a				
BuSn^{3+}	Butyle	1	Cation monobutylétain	MBT
$\text{Bu}_2\text{Sn}^{2+}$	Butyle	2	Cation dibutylétain	DBT
Bu_3Sn^+	Butyle	3	Cation tributylétain	TBT
OcSn^{3+}	Octyle	1	Cation monoocylétain	MOT
$\text{Oc}_2\text{Sn}^{2+}$	Octyle	2	Cation dioctylétain	DOT
Ph_3Sn^+	Phényle	3	Cation triphénylétain	TPhT
Cy_3Sn^+	Cyclohexyle	3	Cation tricyclohexylétain	TCyT
Composé organostannique peralkylé				
Bu_4Sn	Butyle	4	Tétra-butylétain	TTBT

^a Les composés organostanniques sont dosés après dérivation.

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

Les caractéristiques telles que la granulométrie, la teneur en eau ou la teneur en matière organique des solides à analyser à l'aide du présent document 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 suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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, *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*

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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53e45795-5755-4a42-8fb5-cc6547da076c/iso-23161-2018>

3.1 composé organostannique

substance comportant de 1 à 4 liaisons Sn-C

Note 1 à l'article: Le nombre de 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

sols, sédiments, boues et déchets (matières semblables 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 non prétraité. 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](#)).

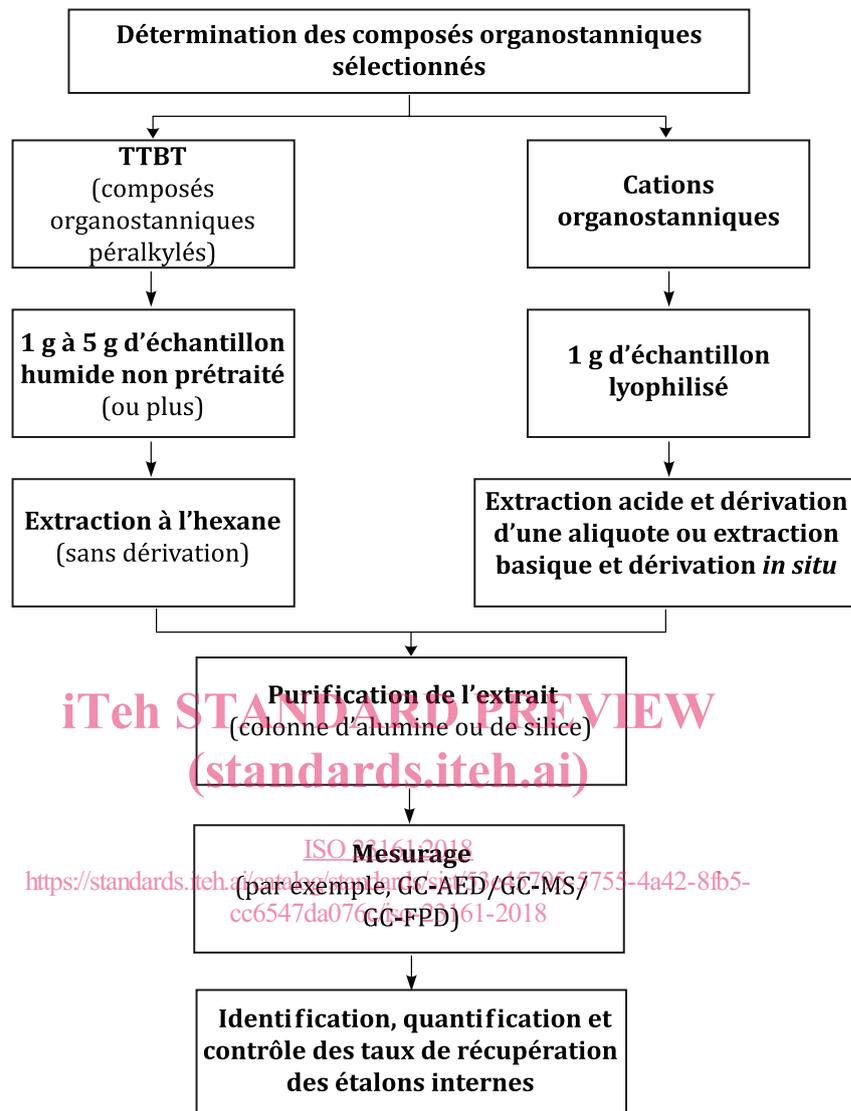


Figure 1 — Schéma fonctionnel pour le prétraitement et l'analyse des composés organostanniques sélectionnés

Des modes opératoires de prétraitement autres que la lyophilisation peuvent être appliqués, dans la mesure où leur adéquation a été démontrée.

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:

- traitement par acide acétique;
- traitement par hydroxyde de potassium méthanolique.

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

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 présentant un niveau élevé de contamination par les composés organostanniques.

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 atteinte.

Lorsque la présente méthode est utilisée pour doser d'autres composés organostanniques non spécifiés dans le domaine d'application, son adéquation doit être 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 à mettre en œuvre.

Tableau 2 — Composés de méthylétain

$R_n\text{Sn}^{(4-n)+}$	R	n	Nom	Acronyme
MeSn^{3+}	Méthyle	1	Cation monométhylétain	MMT
$\text{Me}_2\text{Sn}^{2+}$	Méthyle	2	Cation diméthylétain	DMT
Me_3Sn^{+}	Méthyle	3	Cation triméthylétain	TMT

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'un taux de récupération d'au moins 80 % des composés d'étalons internes soit obtenu 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, il est nécessaire de mettre en œuvre 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 [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 multi-composants conformément à [5.4.3](#).

5 Réactifs

5.1 Généralités

Utiliser des réactifs ultrapurs, généralement de qualité «pour analyse de résidus de pesticides» ou meilleure. Les réactifs et la verrerie peuvent contenir des composés organostanniques en impureté. Il est absolument essentiel de contrôler les blancs.

5.1.1 Eau, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696; l'eau doit être exempte d'interférences.

5.2 Produits chimiques

5.2.1 Acide acétique, CH_3COOH , glacial.

5.2.2 **Solution d'hydroxyde de sodium**, NaOH, à environ 400 g/l (solution aqueuse).

5.2.3 **Acétate de sodium**, CH₃COONa.

5.2.4 **Sulfate de sodium**, Na₂SO₄, anhydre.

5.2.5 **Hydroxyde de potassium**, 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**, Al₂O₃, alcaline.

5.2.8 **Tétrahydrofurane (THF)**, C₄H₈O, exempt de peroxydes et d'eau.

5.2.9 **Acétone**, (CH₃)₂CO.

5.2.10 **Hexane**, C₆H₁₄.

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, NaB(C₂H₅)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.1](#).

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

5.2.12 **Méthanol**, CH₃OH.

5.2.13 **Dichlorométhane**, CH₂Cl₂.

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](#) énumère 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 ^a	FP ^b	Solution ^c
5.3.1	Trichlorure de monobutylétain	MBTCl	C ₄ H ₉ SnCl ₃	1 118-46-3	0,623	A
5.3.2	Dichlorure de dibutylétain	DBTCl	(C ₄ H ₉) ₂ SnCl ₂	683-18-1	0,767	A
5.3.3	Chlorure de tributylétain	TBTCl	(C ₄ H ₉) ₃ SnCl	1 461-22-9	0,891	A
5.3.4	Tétrabutylétain	TTBT	(C ₄ H ₉) ₄ Sn	1 461-25-2	1,000	A
5.3.5	Trichlorure de monoocetylétain	MOTCl	C ₈ H ₁₇ SnCl ₃	3 091-25-6	0,686	A
5.3.6	Dichlorure de dioctylétain	DOTCl	(C ₈ H ₁₇) ₂ SnCl ₂	3 542-36-7	0,830	A
5.3.7	Chlorure de triphénylétain	TPhTCl	(C ₆ H ₅) ₃ SnCl	6 39-58-7	0,908	A
5.3.8	Chlorure de tricyclohexylétain	TCyTCl	(C ₆ H ₁₁) ₃ SnCl	3 091-32-5	0,912	A
Étalons internes						
5.3.9	Trichlorure de monoheptylétain	MHTCl	C ₇ H ₁₅ SnCl ₃	59 344-47-7	0,672	B
5.3.10	Dichlorure de diheptylétain	DHTCl	(C ₇ H ₁₅) ₂ SnCl ₂	74 340-12-8	0,817	B
5.3.11	Chlorure de tripropylétain	TPTCl	(C ₃ H ₇) ₃ SnCl	2 279-76-7	0,875	B
5.3.12	Tétrapropylétain	TTPT	(C ₃ H ₇) ₄ Sn	2 176-98-9	1,000	B
5.3.13	Tétrapentylétain	TTPeT	(C ₅ H ₁₁) ₄ Sn	3 765-65-9	1,000	C
^a Numéro d'enregistrement des résumés analytiques de chimie. ^b FP = Facteur de pondération = Masse molaire du cation organostannique/masse molaire du composé organostannique. ^c A pour la solution étalon multi-composants 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.						

Des étalons internes autres que ceux figurant dans le [Tableau 3](#) peuvent être utilisés, dans la mesure où leur adéquation a été démontrée. Quelques exemples d'étalons internes appropriés:

- monobutylétain-D₉, pour le monobutylétain;
- tripropylétain, pour le dibutylétain et le tributylétain;
- monoheptylétain, pour le monoocetylétain;
- diheptylétain, pour le tétrabutylétain, le dioctylétain et le tricyclohexylétain;
- triphénylétain-D₁₅, pour le triphénylétain.

5.4 Préparation des réactifs et des solutions

5.4.1 Exigences générales

Préparer les solutions suivantes (voir aussi le [Tableau 3](#)):

- une solution étalon mère multi-composants A dans du méthanol (par exemple, 1 mg/ml);
- des solutions étalons de dopage multi-composants 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 muni d'un bouchon à vis à opercule en PTFE.

5.4.3 Solutions aqueuses d'étalonnage (solution multi-composants 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 muni d'un bouchon à vis (à opercule en 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

Dissoudre 25 g d'hydroxyde de potassium (5.2.5) dans 100 ml de méthanol (5.2.12). Cela constitue la solution d'hydroxyde de potassium méthanolique.

ISO 23161:2018

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

Préparer une solution avec environ 10 g de composé de tétraéthylborate (5.2.11) dans 100 ml de tétrahydrofurane (5.2.8).

NOTE Cette solution est stable pendant environ trois mois si elle est conservée sous 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](#)). Un taux de récupération ≥ 80 % des étalons internes et des composés cibles doit être obtenu pour chaque étape de purification.