

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
11916-3

ISO/TC 190/SC 3

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2021-06-11

Vote clos le:
2021-08-06

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

Partie 3: Méthode utilisant la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (CL-SM/SM)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11916-3
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9314126b-360e-4234-9d7d-8662614311c5/iso-fdis-11916-3>
*Soil quality — Determination of selected explosives and related
compounds —
Part 3: Method using liquid chromatography-tandem mass
spectrometry (LC-MS/MS)*

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/FDIS 11916-3:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11916-3

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9314126b-360e-4234-9d7d-8662614311c5/iso-fdis-11916-3>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Interférences	2
6 Réactifs	2
6.1 Généralités.....	2
6.2 Réactifs.....	3
6.3 Substances et solutions étalons.....	3
6.3.1 Substances étalons.....	3
6.3.2 Solutions étalons.....	3
7 Appareillage	4
7.1 Généralités.....	4
7.2 Matériel d'extraction.....	4
7.3 Chromatographe en phase liquide couplé à un spectromètre de masse en tandem (CL-SM/SM).....	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Prétraitement des échantillons, conservation des échantillons et détermination de la teneur en eau.....	5
8.2 Extraction.....	6
8.2.1 Généralités.....	6
8.2.2 Extraction aux ultrasons.....	6
8.2.3 Extraction avec agitation mécanique.....	6
8.3 Conservation de l'extrait.....	6
9 Chromatographie en phase liquide couplée à une spectrométrie de masse en tandem (CL-SM/SM)	7
9.1 Généralités.....	7
9.2 Identification et quantification.....	7
9.3 Étalonnage.....	7
10 Calcul des résultats	8
11 Assurance qualité / contrôle qualité (AQ/CQ)	8
12 Expression des résultats	9
13 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Conditions de la chromatographie liquide à haute performance couplée à la spectrométrie de masse (CL-SM/SM)	10
Annexe B (informative) Comparaison de la CL-SM et de la CL-SM/SM applicables au PETN, au 1,3,5-TNB et au tétryle	13
Annexe C (informative) Comparaison de la LOD et de la LOQ lors de la quantification par CLHP et par CL-SM/SM	16
Annexe D (informative) Comparaison de la capacité d'extraction de l'acétonitrile et du méthanol par CL-SM/SM	19
Annexe E (informative) Rapport de l'étude de validation interlaboratoires pour l'ISO/FDIS 11916-3	21
Bibliographie	23

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 rédigées 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, de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute autre 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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

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

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/members.html.

Introduction

Il existe actuellement deux normes ISO applicables à l'analyse des composés explosifs et des composés apparentés dans le sol: l'ISO 11916-1 (méthode par CLHP avec détection UV) et l'ISO 11916-2 (CG-DCE ou SM). Les résultats de l'essai interlaboratoires menés conformément à l'ISO 11916-1 ont révélé certains aspects problématiques liés à l'analyse du PETN, du 1,3,5-TNB et du tétryle. Dans le cas de l'ISO 11916-2, l'essai interlaboratoires a également donné de médiocres résultats pour le 1,3,5-TNB. Il est donc nécessaire de mettre au point une nouvelle méthode efficacement applicable au dosage du PETN, du 1,3,5-TNB et du tétryle. Outre ceci, des PRG (objectifs réhabilitation) basés sur les risques moins ambitieux, de nouvelles contraintes réglementaires et des changements d'occupation des sols ont favorisé l'utilisation d'instruments plus sensibles et plus sélectifs pour doser les composés explosifs et les composés apparentés. Au vu de ces éléments, la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (CL-SM/SM) est l'une des méthodes alternatives adaptées à ces fins. La méthode par CL-SM/SM offre une limite de détection au moins 10 à 20 fois plus faible que celle de la méthode par CLHP/UV. Dans le présent document, la méthode par CL-SM/SM est destinée à l'analyse de traces de composés explosifs et de composés apparentés et est applicable aux 12 composés (1,3-DNB, 1,3,5-TNB, 2,4-DNT, 2,6-DNT, 2,4,6-TNT, 4-A-2,6-DNT, 2-A-4,6-DNT, tétryle, hexyle, RDX, HMX, PETN) énumérés dans l'ISO 11916-1 (sol, méthode par CLHP avec détection UV) hormis le nitrobenzène, le 2-nitrotoluène, le 3-nitrotoluène et le 4-nitrotoluène. Le nitrobenzène et les nitrotoluènes ont une moins bonne sensibilité de mesure par CL-SM/SM que par CLHP avec détection UV. Comparée à la méthode par CLHP avec détection UV, la quantification par CL-SM/SM est particulièrement efficace pour l'analyse du PETN, du 1,3,5-TNB et du tétryle. Par ailleurs, la méthode par CL-SM/SM est de mieux en mieux connue dans le domaine de l'élaboration des normes ISO (par exemple ISO 22104, Qualité de l'eau — Microcystines, ISO/NP 21677, Qualité de l'eau — HBCD, ISO 21675, Qualité de l'eau — SPFA).

(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 11916-3](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9314126b-360e-4234-9d7d-8662614311c5/iso-fdis-11916-3)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9314126b-360e-4234-9d7d-8662614311c5/iso-fdis-11916-3>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11916-3

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9314126b-360e-4234-9d7d-8662614311c5/iso-fdis-11916-3>

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

Partie 3:

Méthode utilisant la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (CL-SM/SM)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la quantification de composés explosifs et nitrocomposés apparentés (indiqués dans le [Tableau 1](#)) dans le sol et les matériaux du sol. Le présent document est destiné à l'analyse de traces d'explosifs et de composés apparentés par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (CL-SM/SM). En général, la quantification par CL-SM/SM permet d'obtenir, pour chaque composé du [Tableau 1](#), une LOQ (limite de quantification) inférieure à celle obtenue avec la chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection UV.

Dans les conditions spécifiées dans le présent document, des concentrations aussi faibles que 0,005 mg/kg à 0,014 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.

[ISO/FDIS 11916-3](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9314126b-360e-4234-)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9314126b-360e-4234->

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

Composé	Abréviation	CAS-RN ^a
1,3-Dinitrobenzène	1,3-DNB	99-65-0
1,3,5-Trinitrobenzène	1,3,5-TNB	99-35-4
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	Tétryle	479-45-8
2,4,6-Trinitro- <i>N</i> -(2,4,6-trinitrophényl)aniline	Hexyle	131-73-7
1,3,5-Trinitrohexahydro-1,3,5-triazine	RDX	121-82-4
1,3,5,7-Tétranitro-octahydro-1,3,5,7-tétrazocine	HMX	2691-41-0
Pentaérythryltétranitrate	PETN	78-11-5

^a CAS-RN: Chemical Abstract Service-Registry Number (Numéro de registre du Chemical Abstract Service)

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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 <https://www.electropedia.org>.

4 Principe

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

- bain à ultrasons utilisant des ondes ultrasoniques comme milieu (USE);
- agitateur mécanique horizontal à température ambiante (MSE).

Il existe deux autres méthodes d'extraction telles que l'extraction sous fluide pressurisé (PLE) et l'appareil de Soxhlet utilisé à la température d'ébullition (SOX). Elles ne sont cependant pas systématiquement appropriées au PTEN, tétryle et 1,3,5-TNB.

L'extrait contenant les analytes est injecté directement, ou, si nécessaire, dilué avant injection, dans un système de chromatographie liquide à haute performance à polarité de phase inversée couplé à un spectromètre de masse en tandem (CL-SM/SM).

AVERTISSEMENT — 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 %.

5 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.

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. Pour éviter cette interférence, l'extraction au méthanol peut être une méthode alternative pour le 1,3,5-TNB.

Comparé à l'acétonitrile, le méthanol a présenté de graves problèmes lors de l'essai de récupération du HMX, du RDX et du tétryle par détection CL-SM/SM (voir [Annexe D](#)). Il convient également d'éviter d'extraire le tétryle à des températures supérieures à la température ambiante.

6 Réactifs

6.1 Généralités

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

6.2 Réactifs

6.2.1 Eau, ayant une conductivité électrique $\leq 0,01$ mS/m (25 °C).

6.2.2 Acétonitrile, CH_3CN , de qualité CLHP ou équivalent.

6.2.3 Méthanol, CH_3OH , de qualité CLHP ou équivalent.

6.2.4 Acétate d'ammonium dans l'eau, 2,5 mmol/l.

Pour la préparation, peser 96,3 mg d'acétate d'ammonium ($\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_2$) dans des fioles jaugées de 500 ml (échelle: mg/ml) et compléter au volume avec de l'eau (6.2.1). Préparer le réactif juste avant l'emploi. Avant de l'utiliser comme phase mobile, filtrer le réactif à l'aide de papier-filtre (7.1.6). Après filtration, dégazer le filtrat à l'aide d'un bain à ultrasons ou d'autres méthodes.

6.2.5 Acétate d'ammonium dans le méthanol, 2,5 mmol/l.

Pour la préparation, peser 96,3 mg d'acétate d'ammonium ($\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_2$) dans des fioles jaugées de 500 ml (échelle: mg/ml) et compléter au volume avec du méthanol (6.2.3). Préparer le réactif juste avant l'emploi. Avant de l'utiliser comme phase mobile, filtrer le réactif à l'aide de papier-filtre (7.1.6). Après filtration, dégazer le filtrat à l'aide d'un bain à ultrasons ou d'autres méthodes.

6.3 Substances et solutions étalons

ITEH STANDARD PREVIEW

6.3.1 Substances étalons (standards.iteh.ai)

6.3.1.1 Substances de référence [ISO/FDIS 11916-3](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9314126b-360e-4234-9d7d-8662614511c5/iso-fdis-11916-3)

Le [Tableau 1](#) répertorie les substances de référence. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9314126b-360e-4234-9d7d-8662614511c5/iso-fdis-11916-3>

6.3.1.2 Étalons de contrôle de la méthode

Des composé(s) approprié(s) non trouvé(s) dans l'échantillon (par exemple le 2,5-dinitrotoluène ou le 1,2-dinitrobenzène), peuvent être utilisés comme étalons de contrôle de la méthode. Il est recommandé que la concentration en étalons de contrôle de la méthode dans l'extrait final soit comprise entre 0,04 mg/l et 0,1 mg/l. Avant de choisir les étalons de contrôle de la méthode, confirmer l'applicabilité de ces étalons en fonction des conditions analytiques de chaque laboratoire.

6.3.2 Solutions étalons

6.3.2.1 Généralités

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

En cas d'utilisation de solutions mères étalons certifiées disponibles dans le commerce, les solutions d'étalonnage sont préparées en diluant les solutions mères avec de l'acétonitrile (6.2.2), dans des fioles jaugées.

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

6.3.2.2 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 (6.2.2) et laisser les substances de référence se dissoudre entièrement.

Transférer les solutions mères dans des flacons en verre brun et fermer avec des bouchons à vis garnis de polytétrafluoroéthylène (PTFE). Les solutions mères peuvent être utilisées pendant 6 mois si elles sont conservées au réfrigérateur entre 2 °C et 6 °C et à l'abri de la lumière.

6.3.2.3 Solutions mères multisubstances

Préparer des solutions mères multisubstances de concentrations différentes à partir des diverses solutions mères monosubstances (6.3.2.2) en les mélangeant et en les diluant avec de l'acétonitrile (6.2.2). 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.

6.3.2.4 Solutions d'étalonnage

Préparer des solutions d'étalonnage en diluant les solutions mères multisubstances. La plage de travail de 0,01 mg/l à 0,2 mg/l est recommandée. Au moins 5 niveaux de concentrations sont nécessaires pour l'étalonnage.

7 Appareillage

7.1 Généralités

Le matériel courant de laboratoire et les éléments suivants sont utilisés pour la présente norme.

7.1.1 Récipients en verre brun équipés de bouchons garnis de PTFE.

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

7.1.3 Fioles coniques en verre brun avec bouchon rodé.

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

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

7.1.6 Membrane filtrante, d'une taille de pores de 0,45 µm.

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

7.2 Matériel d'extraction

7.2.1 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 ± 5) °C ou (50 ± 5) °C pendant l'extraction aux ultrasons.

7.2.2 Agitateur mécanique horizontal.

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

7.3 Chromatographe en phase liquide couplé à un spectromètre de masse en tandem (CL-SM/SM)

7.3.1 Système CL, constitué d'une pompe capable de supporter une pression d'au moins 40 MPa (400 bar) et d'une boucle d'injection appropriée en fonction du volume d'injection.

7.3.1.1 Colonne CL

Colonne thermostatée remplie de matériau à polarité de phase inversée. Il convient d'utiliser la colonne en acier inoxydable (25 cm x 2,1 mm~4,6 mm de diamètre interne) remplie de gel de silice (taille des particules de 5 µm) chimiquement lié à un groupement octadécylsilyle (ODS) ou celles ayant une capacité de séparation équivalente. Si l'applicabilité est vérifiée, d'autres types de colonne peuvent être utilisés.

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.

7.3.1.2 Phase mobile

Une solution produite en mélangeant 2,5 mmol/l d'acétate d'ammonium dans l'eau (6.2.4) avec 2,5 mmol/l d'acétate d'ammonium dans le méthanol (6.2.5) peut être utilisée comme phase mobile. Le rapport du mélange dépend du système CL à appliquer (voir [Annexe A](#)).

7.3.2 Spectromètre de masse en tandem

Il convient que le système CL-SM/SM soit capable d'effectuer une ionisation chimique à pression atmosphérique (APCI) d'ions négatifs. Utiliser un analyseur de masse en tandem (SM/SM) triple quadripôle constitué de deux analyseurs de masse quadripolaires successifs ou un système de performance équivalente. Il convient également que le mode «multiple reaction monitoring» (MRM) soit disponible pour l'analyse de la masse.

8 Mode opératoire

8.1 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. Avant d'analyser l'échantillon, l'homogénéiser en le tamisant sur un tamis à ouvertures de 2 mm.

Les échantillons de sol doivent être conservés à l'abri de la lumière à (4 ± 2) °C. Les échantillons conservés plus longtemps (c'est-à-dire plus d'une semaine) avant d'être analysés doivent être stockés à -20 °C.

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.

8.2 Extraction

8.2.1 Généralités

Les deux méthodes d'extraction suivantes peuvent être appliquées:

- extraction aux ultrasons;
- extraction avec agitation mécanique.

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 en [6.3.1.2](#).

8.2.2 Extraction aux ultrasons

Prélever environ 20 g de l'échantillon humide et le peser dans le récipient d'extraction ([7.1.1](#)), à $\pm 0,1$ g près, et ajouter l'étalon de contrôle de la méthode ([6.3.1.2](#)), s'il est utilisé, selon une gamme de concentration de 0,04 mg/l à 0,1 mg/l dans l'extrait final. Ajouter 40 ml $\pm 0,1$ ml d'acétonitrile ([6.2.2](#)) et fermer avec un bouchon garni de PTFE. Agiter brièvement le flacon à la main, puis appliquer une extraction aux ultrasons dans le bain ([7.2.1](#)) 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. Cette méthode d'extraction n'est pas adaptée au tétryle.

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 ([7.1.6](#)) dans le flacon ([7.1.2](#)) ou centrifuger à 1 000 g pendant 20 min.

Avant la filtration, il est recommandé d'humidifier légèrement le filtre avec de l'acétonitrile.

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.

8.2.3 Extraction avec agitation mécanique

Prélever environ 20 g de l'échantillon humide et le peser dans le récipient d'extraction ([7.1.1](#)), à $\pm 0,1$ g près, et ajouter l'étalon de contrôle de la méthode ([6.3.1.2](#)), s'il est utilisé, selon une gamme de concentration de 0,04 mg/l à 0,1 mg/l dans l'extrait final. Ajouter 40 ml $\pm 0,1$ ml d'acétonitrile ([6.2.2](#)) et fermer avec un bouchon garni de PTFE. Agiter brièvement le flacon d'extraction à la main puis le placer dans un agitateur mécanique horizontal ([7.2.2](#)) et agiter pendant 16 h. Après agitation, laisser les particules de sol se déposer au fond du récipient 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 ([7.1.6](#)) dans le flacon ([7.1.2](#)) ou centrifuger à 1 000 g 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.

8.3 Conservation de l'extrait

Si l'extrait d'acétonitrile 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.