

S-III-5V3 – DÉTERMINATION DE L'INDICE HYDROCARBURE C₁₀-C₄₀ PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

1. Objet

Cette procédure a pour objet de décrire une méthode de détermination de l'indice hydrocarbure C₁₀-C₄₀ par chromatographie en phase gazeuse (GC) et détection par ionisation de flamme (FID) dans les sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets.

2. Domaine d'application

La méthode est applicable aux échantillons de sols (y compris les sédiments), de matières utilisées sur ou dans les sols et de déchets et permet la détermination de l'indice hydrocarbure pour des concentrations supérieures à 50 mg/kg.

Actuellement, il n'y a pas suffisamment d'informations disponibles sur la façon de procéder pour l'analyse des hydrocarbures dans les déchets organiques liquides. Les échantillons de déchets liquides aqueux peuvent être analysés conformément à la procédure E-III-5.

3. Définitions et abréviations

GC-FID : Chromatographe en phase gazeuse - Détecteur à ionisation de flamme

Indice hydrocarbure C₁₀-C₄₀ : Somme des concentrations des composés extractibles par un mélange d'heptane (ou d'hexane) et d'acétone, non adsorbés par le Florisil® et dont les temps de rétention, en chromatographie gazeuse, sont compris entre ceux du n-décane et du n-tétracontane.

Dans cet indice, sont repris les n-alcanes compris entre le C₁₀H₂₂ et le C₄₀H₈₂, les iso-alcanes, les cycloalcanes, les alkylbenzènes, les alkylnaphtalènes et les composés aromatiques polycycliques non retenus sur le Florisil®.

4. Principe

Extraction des hydrocarbures d'une quantité connue d'échantillon de sol, de boue de sédiment ou de déchet à analyser par un mélange hexane/acétone (50/50 v/v).

Séparation de la phase organique et lavage de celle-ci deux fois avec de l'eau saturée en sulfate de magnésium heptahydraté.

Purification et séparation sur colonne de Florisil®.

Analyse par GC-FID. Mesurage de l'aire totale de pics entre le n-décane (C₁₀) et le n-



tétracontane (C_{40}).

Quantification de la concentration en huiles minérales par rapport à un étalon externe composé de diesel et d'huile moteur. Calcul de l'indice hydrocarbure.

5. Conditionnement et conservation de l'échantillon

Prélever les échantillons dans des pots en verre brun.

Les échantillons sont conservés hermétiquement à l'abri de la lumière à une température de 4 ± 2 °C et extraits dans la semaine. Si les échantillons sont séchés avec du Na_2SO_4 , ils peuvent être conservés un mois au réfrigérateur.

6. Appareillages et matériels utilisés

- Chromatographe en phase gazeuse et détecteur à ionisation de flamme.
- Colonne capillaire avec une phase apolaire (95 % diméthyl/ 5 % diphénylpolysiloxane de 5 à 25 m de long avec un diamètre interne de 0,10 à 0,32 mm et une épaisseur de film de 0,1 à 0,25 μ m).
- Suivant la méthode choisie pour l'extraction :
 - extracteur à chaud et sous pression, cellules d'extraction de 11 ou 22 ml
 - soxhlet d'une capacité de 100 ml, un ballon de 250 ml, un condenseur à reflux, un manteau chauffant et des cartouches en fibre de verre
- Concentrateur sous azote et tubes.
- Trébuchet de précision 0,1g.
- Balance analytique de précision 1 mg.
- Erlenmeyer de 100 ml.
- Fioles jaugées de 5 ml, 10 ml et 20 ml.
- Ampoules à décanter de 500 ml munies d'un robinet en Téflon.
- Pipettes Pasteur.
- Entonnoirs en verre.
- Pipettes automatiques.
- Colonnes de chromatographie en verre de 1,5 cm de diamètre et ± 25 cm de long ou colonne en polypropylène type SPE (8 cm x 2 cm de diamètre : volume 25 ml). Ces colonnes ne peuvent être utilisées que lorsque l'on traite des échantillons contaminés ou ayant une teneur en matière sèche supérieur à 20 %. En effet, les blancs de ces cartouches peuvent donner des blancs plus élevés.
- Filtres en papier, \varnothing 110 mm.
- Mortier et pilon en porcelaine.

7. Réactifs utilisés

7.1. Eau ultrapure milliQ

7.2. n-hexane (C_6H_{14})

L'isohexane ou le n-heptane peuvent également être utilisés. La qualité utilisée doit être telle que le critère du blanc (10.4) soit atteint.

7.3. Sulfate de magnésium heptahydraté ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)



7.4. Sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4)

Traité à 600 °C pendant 16 heures, puis stocké dans un dessiccateur.

7.5. Substrat de chromatographie

Silicate de magnésium (MgSiO_3), appelé aussi Florisil[®], actif anhydre, de granulométrie comprise entre 60 et 100 Mesh - Activé à 600 °C pendant au moins 16 heures, puis stocké dans un dessiccateur.

Ou colonne de purification commerciale : 5 g de Florisil[®], capacité 25 ml.

7.6. n-décane ($\text{C}_{10}\text{H}_{22}$)

7.7. n-tétracontane ($\text{C}_{40}\text{H}_{82}$)

7.8. Stéarate de stéaryle ($\text{C}_{36}\text{H}_{72}\text{O}_2$)

7.9. Mélange Mazout-Huile (1/1)

Mélange contenant 50 % de diesel sans additifs et 50 % d'huile lubrifiante sans additifs.

7.10. Mélange Mazout-Huile pour la solution de contrôle indépendante

Autre fournisseur que le mélange précédent.

7.11. Mélange étalon de n-alcane

Mélange des n-alcane pairs du C_{10} au C_{40} à 500 $\mu\text{g}/\text{ml}$ /alcane.

7.12. Matériau de référence certifié

7.13. Acétone (CH_3COCH_3)

La qualité utilisée doit être tel que le critère du blanc (10.4) soit atteint.

7.14. Hélium 6.0

7.15. Hydrogène

7.16. Air sec

7.17. Azote 4.8

8. Préparation de l'échantillon

Verser le contenu sur une feuille à revêtement téflonné ou faire un ou plusieurs carottages dans le pot à l'aide d'un évidéur de ± 15 mm de diamètre. Eliminer les pierres et autres matériaux non broyables ayant un diamètre supérieur à 10 mm et prendre ± 50 g d'échantillon représentatif (peser au trébuchet). Ajouter le même poids de sulfate de sodium anhydre (7.4) si le solide contient de 50 à 100 % de matières sèches, ajouter 2 à 3 fois le poids de l'échantillon pour les boues contenant 10 à 50 % de matières sèches et ajouter 4 fois le poids de l'échantillon pour les

matières contenant moins de 10 % de matières sèches (par exemple les digestats de biométhanisation)

Homogénéiser rapidement au pilon de façon à obtenir une poudre fine et sèche.

Dans le cas particulier de déchets de type shredder qui contient des matières plastiques, un séchage à l'étuve à 40 °C suivi d'un broyage cryogénique est nécessaire de façon à obtenir un échantillon représentatif de granulométrie de 4 mm.

9. Préparation des réactifs

9.1. Solvant d'extraction avec composés de référence

9.1.1. Solution mère du solvant d'extraction

Peser 20 mg de n-tétracontane (7.7).

Ajouter du n-hexane (7.2).

Pour dissoudre le n-tétracontane (7.7), passer la solution quelques instants au bain à ultrasons.

Ajouter 20 µl de n-décane (7.6).

Ajuster au trait le jaugé de 1000 ml avec du n-hexane (7.2).

La solution doit être hermétiquement fermée et conservée au frigo.

La solution est stable 6 mois au maximum.

9.1.2. Solution fille du solvant d'extraction

Diluer la solution mère du solvant d'extraction 10x avec du n-hexane (7.2) dans un jaugé.

9.1.3. Solution d'essai de stéarate de stéaryle

Peser 200 mg de stéarate de stéaryle (7.8).

Ajuster au trait le jaugé de 100 ml avec la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2).

La solution doit être hermétiquement fermée et conservée au frigo.

La solution est stable 6 mois au maximum.

Cette solution sert à vérifier l'efficacité de la procédure de purification.

9.2. Mélanges d'huiles minérales

9.2.1. Mélange étalon

Peser 200 mg d'un mélange Mazout-Huile (1/1) (7.9).

Ajuster au trait le jaugé de 20 ml avec la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2).

La solution obtenue a une concentration en hydrocarbure totale d'environ 10 mg/ml.

La solution est stable 6 mois.

9.2.2. Mélanges d'étalonnage

Les concentrations suivantes peuvent être appropriées : 0,1 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,5 ; 0,8 ; 1,0 ; 2,0 ; 4,0 et 5,0 mg/ml.



Pipeter : - 100 μ l du mélange étalon (9.2.1) dans un jaugé de 10 ml;
- 100, 200, 250, 400, 500 et 1000 μ l du mélange étalon (9.2.1) dans 6 jaugés de 5 ml ;
- 800, 1000 μ l du mélange étalon (9.2.1) dans 2 jaugés de 2 ml.
Ajuster au trait avec la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2).
Les solutions sont conservées à 4 °C dans des récipients hermétiquement fermés.

Les solutions sont stables 6 semaines.

9.2.3. Solution de contrôle indépendante

Préparer une solution de contrôle indépendante (7.10) (autre origine que la courbe d'étalonnage) avec une concentration en hydrocarbure au centre de la gamme de mesurage.

Des concentrations plus élevées peuvent être recommandées pour d'autres applications.

En cas d'injection large volume, adapter les concentrations des étalons.

9.3. Mélange étalon de n-alcane

Diluer 10x le mélange étalon de n-alcane (7.11) avec du n-hexane (7.2).
La solution obtenue a une concentration d'environ 50 μ g/ml des composés individuels.

9.4. Essai d'aptitude du Florisil®

Vérifier l'aptitude du Florisil® (7.5) à chaque nouveau lot et au moins une fois tous les deux mois.

Utiliser une solution d'essai de stéarate de stéaryle (9.1.3) et un mélange d'étalonnage à 2 mg/ml.

Effectuer la purification (10.2) avec 10 ml de solution d'essai de stéarate de stéaryle (9.1.3) ensuite 3 x 10 ml de la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2), puis ajuster le jaugé pour obtenir un volume de 50 ml. Transférer une partie aliquote de la solution purifiée dans une fiole à septum et analyser. Mesurer l'aire du pic du stéarate de stéaryle (9.1.3) après traitement sur colonne de Florisil® (7.5). Diluer 0,5 ml de la solution d'essai de stéarate de stéaryle (9.1.3) avec la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2) jusqu'à 50 ml et analyser. Calculer le rapport des aires de pic du stéarate de stéaryle pour la solution purifiée et la solution non purifiée. Il convient que ce rapport soit inférieur à 1. Dans le cas contraire, réactiver le Florisil® conformément au point 7.5.

Effectuer la purification (10.2) avec 10 ml d'un mélange d'étalonnage à 2 mg/ml, ensuite 3 x 10 ml de la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2), puis ajuster le jaugé jusqu'à obtenir un volume de 50 ml. Transférer une partie aliquote de la solution purifiée dans une fiole à septum et analyser.

Déterminer le rendement en huile minérale sur la base de l'aire de pic entre C₁₀ et C₄₀ dans le mélange d'étalonnage traité (avec Florisil®) et non traité. Il convient que le rendement soit au moins égal à 80 %. Si ce critère n'est pas respecté, réactiver le Florisil® comme indiqué au point 7.5. Si ce nouvel essai montre que le critère n'est pas encore satisfait, choisir un autre lot de Florisil® (7.5).



10. Mode opératoire

Avant utilisation, rincer la verrerie à l'hexane (7.2).

10.1. Extraction

Méthode par extraction à chaud et sous pression :

Les échantillons mélangés avec du sulfate de sodium anhydre (7.4) sont extraits à chaud et sous pression.

Peser les cellules non remplies.

Remplir la cellule avec 10 à 20 g d'échantillons additionnés du sulfate de sodium anhydre (7.4).

Placer les cellules sur le carrousel de l'appareil.

Equiper celui-ci des fioles adéquates de 40 ou 60 ml suivant la capacité de la cellule choisie.

Extraire au mélange n-hexane/acétone 50/50 v/v.

Paramètres d'extraction :

- Chauffage : 5 minutes
- Extraction statique : 5 minutes
- Pression d'extraction : 2000 psi
- Température d'extraction : 100 °C
- Volume de purge : 60 %
- Temps de purge : 150 secondes
- Nombre de cycle : 1
- Nombre d'extraction par cellule : 1
- Solvant : n-hexane/acétone : 50/50 v/v

Transvaser l'extrait dans une ampoule à décanter de 500 ml.

Rincer le flacon avec 2x10 ml de la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2).

Pour enlever l'acétone, laver l'extrait avec 250 ml d'une solution aqueuse saturée en sulfate de magnésium heptahydraté (80 g/l) (7.3) **en agitant l'ampoule pendant 3 minutes.**

Evacuer la phase aqueuse.

Répéter l'opération de lavage avec 250 ml de la solution aqueuse saturée en sulfate de magnésium heptahydraté (80 g/l) (7.3) en agitant l'ampoule pendant 3 minutes.

Evacuer la phase aqueuse.

Filtrer la phase organique sur du sulfate de sodium anhydre (7.4) et récupérer dans un erlenmeyer de 100 ml.

Rincer l'ampoule et le sulfate du filtre avec la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2).

Remarque : il est très important que l'extrait soit exempt d'acétone (< 0,1 % vol), sinon la purification sera incomplète et les résultats pourront être surestimés.

Méthode soxhlet :

Les échantillons mélangés avec du sulfate de sodium anhydre sont extraits au soxhlet pendant 16 h moyennant un lavage préliminaire de la cartouche et du tampon de laine de verre à l'hexane .

Dans le cas particulier de déchets de type shredder qui contient des matières plastiques, extraire l'échantillon à l'hexane et non avec le mélange hexane/acétone et uniquement en soxhlet pendant 2 heures pour éviter la co-extraction de certains polymères.

Procéder ensuite au lavage et au séchage de l'extrait comme défini ci-dessus.

10.2. Purification

Utiliser au moins 3 g de Florisil® (7.5) pour 5 g d'échantillon brut

Colonne commerciale (5 g –capacité 25 ml) :

Placer environ 1 g (± 1 cm) de sulfate de sodium anhydre sur la colonne de purification.
Conditionner la colonne de Florisil® (7.5) avec un volume au moins égal à la hauteur du Florisil® de solution fille du solvant d'extraction (9.1.2) (jusqu'au dessus de la colonne).
Eluer l'échantillon.
Rincer l'échantillon avec 3x 10 ml de la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2).

Colonne à remplir :

Remplir la colonne de purification avec un morceau de laine de verre, 5 g de Florisil® (7.5) en tapotant légèrement et avec environ 1cm de sulfate de sodium anhydre (7.4).
Conditionner la colonne avec un volume au moins égal à la hauteur du Florisil® (7.5) de solution fille du solvant d'extraction (9.1.2).
Eluer l'échantillon.
Rincer l'échantillon avec 3x 10 ml avec la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2).

Remarque : Une saturation de la colonne de purification peut avoir lieu à cause des graisses (esters d'acides gras) présentes dans les échantillons de type boues de station d'épuration. Cette saturation se remarque visuellement et un second passage sur une nouvelle colonne est alors nécessaire pour ne pas surestimer la teneur en hydrocarbures.

10.3. Concentration

Concentrer l'extrait purifié sous flux d'azote jusqu'à 1 ml.
Transvaser l'extrait à la pipette pasteur dans une fiole préalablement pesée.
Rincer les parois du tube avec la solution fille du solvant d'extraction (9.1.2).
Peser la fiole contenant l'extrait avec la balance analytique de précision 1 mg.
Déterminer le volume exact grâce à la pesée (volume final : 1 à 2 ml).
Cette concentration doit se faire en douceur pour éviter la perte des volatils éventuels.

Cette concentration peut ne pas être nécessaire si les échantillons présentent un taux élevé d'hydrocarbures ou si l'injection large volume est utilisée.

10.4. Essai à blanc

Pour chaque série d'essais, effectuer parallèlement à la détermination un essai à blanc dans les mêmes conditions, où l'échantillon est remplacé par 10 ou 20 g de sulfate de sodium anhydre (7.4). Le blanc doit être inférieur à 10 % des valeurs obtenues pour les échantillons.

10.5. Contrôle de la méthode

Deux fois par an, effectuer six essais avec un matériau de référence certifié (7.12) humidifié avec 25 et 50 % d'eau pour se rapprocher du taux d'humidité des échantillons réels.

Essai à 25 % d'humidité :

Prélever 10 g du matériau de référence certifié (7.12).
Ajouter 2,5 g d'eau milliQ (7.1).
Mélanger vigoureusement pendant 2 heures.
Laisser reposer 2 jours.
Mélanger avec 12,5 g de sulfate de sodium anhydre (7.4).
Effectuer trois essais en suivant le mode opératoire (10).

Essai à 50 % d'humidité :

Prélever 5 g du matériau de référence certifié (7.12).
Ajouter 5 g d'eau milliQ (7.1).
Mélanger vigoureusement pendant 2 heures.
Laisser reposer 2 jours.
Mélanger avec 20 g de sulfate de sodium anhydre (7.4).
Effectuer trois essais en suivant le mode opératoire (10).

Les résultats de ces essais doivent se situer dans l'intervalle de confiance donné dans le certificat.

10.6. Analyse par chromatographie en phase gazeuse (GC-FID)

10.6.1. Essai de performance du système

Injecter le mélange étalon de n-alcane (7.11), les pics du chromatogramme doivent être séparés à la ligne de base. Il convient que la réponse relative (aire de pic) du n-tétracontane ($C_{40}H_{82}$), comparée avec le n-icosane ($C_{20}H_{42}$), soit au moins égale à 0,8. Dans le cas contraire, la discrimination du système d'injection est trop élevée et le système d'injection doit être optimisé ou remplacé.

10.6.2. Réglage du chromatographe en phase gazeuse

Un exemple de conditions GC est donné ci-dessous :

Colonne : VF-5ht 15m x 0,25mm x 0,10µm
Technique d'injection : « splitless » (30 sec)
Température d'injection : 300 °C
Volume d'injection : 2 µl
Gaz vecteur : hélium (7.14)
Programme de température du four : 40 °C pendant 5 min, 20 °C/min jusqu'à 300 °C, 300 °C pendant 7 min
DéTECTEUR : détecteur à ionisation de flamme
Température du détecteur : 330 °C

Un injecteur large volume peut également être utilisé.

10.6.3. Etalonnage

10.6.3.1. Etalonnage initial

Lorsque la méthode est utilisée pour la première fois, effectuer un test de linéarité (cf. ISO 8466-1) dans le domaine de travail choisi en analysant au moins cinq dilutions du mélange d'étalon (9.2.1).

10.6.3.2. Etalonnage de routine

Analyser un minimum de cinq dilutions du mélange étalon (9.2.1).
Calculer la fonction d'étalonnage par une analyse de régression linéaire, pondérée ou non, des aires de pic. Cet étalonnage est effectué toutes les 6 semaines ou lorsque le contrôle (10.6.3.3) montre une dérive de plus de 10 %.

10.6.3.3. Vérification de la validité de la fonction d'étalonnage de routine

Placer une solution de contrôle indépendante (9.2.3) en début d'analyse.

Vérifier que les résultats ne diffèrent pas plus de 10 % de la droite d'étalonnage de travail.
Dans le cas contraire, effectuer un nouvel étalonnage avec les solutions du mélange d'étalonnage (9.2.2) conservées.

10.6.4. Mesurage

Compléter la table d'échantillonnage.
Remplir le flacon de rinçage de la seringue avec de l'hexane (7.2).
Rincer la seringue.

Injecter x µl de n-hexane (7.2) pour vérifier l'état de propreté de l'appareil et pour enregistrer le « bleeding » de la colonne.
Injecter, dans l'ordre croissant, les solutions du mélange d'étalonnage (9.2.2) ou la solution de contrôle indépendante (9.2.3), l'essai à blanc (10.4), les échantillons et une solution de contrôle indépendante de milieu de gamme (9.2.3) tous les dix échantillons et en fin de série.

Réaliser à chaque série d'analyse, sur la solution de contrôle indépendante (9.2.3), le rapport de surface $C_{20}-C_{40}/C_{10}-C_{20}$. Il convient que la réponse obtenue corresponde à la proportion dans le certificat.

10.6.5. Intégration

Si nécessaire, corriger chaque chromatogramme en soustrayant le « bleeding » de la colonne enregistré.
Intégrer le chromatogramme entre le n-décane et le n-tétracontane. Démarrer l'intégration juste après le pic du n-décane au niveau du signal pris avant le pic du solvant ou juste après le pic du n-décane au niveau du signal de ce pic suivant l'efficacité de la soustraction du « bleeding ». Mettre un terme à l'intégration juste avant le début du pic du n-tétracontane sur le même niveau de signal. Vérifier tous les chromatogrammes visuellement pour garantir une interprétation correcte.

11. Calcul

Les intégrations des chromatogrammes sont vérifiées manuellement. Les bornes d'intégration C₁₀-C₄₀ sont ajustées si nécessaire.

La concentration dans l'extrait (mg/ml) est donnée par le logiciel en fonction de la droite d'étalonnage.

L'indice hydrocarbure peut alors se calculer comme suit :

$$\text{Indice hydrocarbure C}_{10}\text{-C}_{40} \text{ (mg/kg sec)} = \frac{C \times V \times 100}{m_3 \times MS}$$

C = concentration dans l'extrait (en mg/ml)

V = volume de l'extrait (en ml)

m₃ = masse de l'échantillon brut (en kg)

MS = matières sèches (en %)

$$\text{Avec } m_3 = \frac{m_2 \times m_0}{m_1}$$

m₀ = masse de l'échantillon brut prise pour le séchage avec le sulfate de sodium anhydre

m₁ = masse du mélange échantillon/sulfate de sodium anhydre (en kg)

m₂ = prise d'essai du mélange dans la cellule (en kg)

Dans le cadre du Décret relatif à la gestion des sols du 5 décembre 2008, le fractionnement suivant est réalisé :

EC₁₀-EC₁₂

EC₁₂-EC₁₆

EC₁₆-EC₂₁

EC₂₁-EC₃₅

(EC₃₅-EC₄₀)

Les bornes d'intégration sont placées aux temps de rétention correspondants des n-alcanes (C₁₂, C₁₆, C₂₁ et C₃₅), les aires de chaque fraction sont mesurées et le calcul se fait sur base de l'aire totale C₁₀-C₄₀.

12. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence à la présente méthode de la Région wallonne;
- L'identification complète de l'échantillon;
- Les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis;
- Les résultats du dosage conformément au point 11;
- Les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

Les renseignements qualitatifs suivants peuvent également être fournis dans le rapport :

- 1- la plage d'ébullition de substances telles que le kérosène, le diesel, les huiles minérales... détectées sur la base du temps de rétention relatif par rapport au point d'ébullition du mélange des n-alcanes.
- 2- toute présence d'hydrocarbures volatils ($< C_{10}$).
- 3- toute présence d'hydrocarbures ayant un point d'ébullition élevé ($> C_{40}$).

Il peut être utile de joindre les chromatogrammes des échantillons.

13. Référence

ISO 18512 :2007 Qualité du sol – Lignes directrices relatives au stockage des échantillons de sol à long et à court termes.

ISO 14507 :2003 Qualité du sol – Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques.

ISO 16703 :2004 Qualité du sol – Dosage des hydrocarbures de C_{10} à C_{40} par chromatographie en phase gazeuse.

NBN EN 14039 :2004 Caractérisation des déchets – Détermination de la teneur en hydrocarbures par chromatographie en phase gazeuse dans la plage C_{10} à C_{40} .

ISO 9377-2 :2000 Qualité de l'eau – Détermination de l'indice hydrocarbure- partie 2 : Méthode par extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse.

ISO 8466-1 :1990 Qualité de l'eau – Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance – Partie 1 : Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage.

ISO 11465 :1993 Qualité du sol – Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau Méthode gravimétrique.

NBN EN 14346 :2007 Caractérisation des déchets – Calcul de la teneur en matière sèche par détermination du résidu sec et de la teneur en eau.