

---

---

**Qualité de l'eau — Dosage des ions fluorure,  
chlorure, nitrite, orthophosphate, bromure,  
nitrate et sulfate dissous, par chromatographie  
des ions en phase liquide —**

**Partie 1:**

**Méthode applicable pour les eaux faiblement  
contaminées**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9277918-24f7-4c62-a1e2-9eef742a31b/iso-10304-1-1992>

*Water quality — Determination of dissolved fluoride, chloride, nitrite,  
orthophosphate, bromide, nitrate and sulfate ions, using liquid  
chromatography of ions —*

*Part 1: Method for water with low contamination*



## 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 projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10304-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'ISO 10304 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Dosage des ions fluorure, chlorure, nitrite, orthophosphate, bromure, nitrate et sulfate dissous, par chromatographie des ions en phase liquide*:

- *Partie 1: Méthode applicable pour les eaux faiblement contaminées*
- *Partie 2: Méthode applicable pour les eaux résiduaires*
- *Partie 3: Dosage des chromates, thiocyanates et thiosulfates*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 10304 est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

## Introduction

Il existe de nombreux systèmes chromatographiques par échange d'ions. Le type de colonne, de phase mobile, de détecteur, etc. à utiliser ne sont donc pas spécifiés ici de façon précise, et la description du mode opératoire n'est pas accompagnée de prescriptions détaillées, mais simplement d'indications générales. Toutefois, les critères de qualité qui doivent être satisfaits dans les conditions opératoires choisies sont définis.

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

[ISO 10304-1:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9277918-24f7-4c62-a1e2-9eef742af31b/iso-10304-1-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9277918-24f7-4c62-a1e2-9eef742af31b/iso-10304-1-1992>

Page blanche

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

ISO 10304-1:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9277918-24f7-4c62-a1e2-9eef742af31b/iso-10304-1-1992>

# Qualité de l'eau — Dosage des ions fluorure, chlorure, nitrite, orthophosphate, bromure, nitrate et sulfate dissous, par chromatographie des ions en phase liquide —

## Partie 1:

### Méthode applicable pour les eaux faiblement contaminées

#### 1 Domaine d'application

##### 1.1 Généralités

La présente partie de l'ISO 10304 prescrit une méthode de dosage des ions fluorure, chlorure, nitrite, orthophosphate, bromure, nitrate et sulfate dans des eaux faiblement contaminées (par exemple, eau potable, eau de pluie, eau souterraine, eau de surface). Elle est applicable aux domaines de concentration suivants:

Fluorure (F):	0,01 mg/l à 10 mg/l
Chlorure (Cl):	0,1 mg/l à 50 mg/l
Nitrite (NO <sub>2</sub> ):	0,05 mg/l à 20 mg/l
Orthophosphate (PO <sub>4</sub> ):	0,1 mg/l à 20 mg/l
Bromure (Br):	0,05 mg/l à 20 mg/l
Nitrate (NO <sub>3</sub> ):	0,1 mg/l à 50 mg/l
Sulfate (SO <sub>4</sub> ):	0,1 mg/l à 100 mg/l

NOTE 1 Les symboles représentant les anions sont utilisés, dans l'ensemble du texte, sans indication de la charge.

Dans certains cas, il est possible de moduler l'étendue de dosage en faisant varier les conditions opératoires (par exemple, volume de l'échantillon, dilution, type de colonne utilisée, emploi de techniques de pré-concentration, domaines de sensibilité des détecteurs, etc.).

#### 1.2 Interférences

1.2.1 Certains acides organiques, par exemple les acides malonique, maléique et malique peuvent perturber le dosage des ions inorganiques lorsqu'ils sont présents à des concentrations élevées.

1.2.2 Le dosage de l'ion fluorure, en particulier, peut être perturbé par la présence, même à très faible concentration, d'acide formique, d'acide acétique ou de carbonate.

1.2.3 L'existence de différences de concentration importantes entre les anions dosés (F, Cl, NO<sub>2</sub>, PO<sub>4</sub>, Br, NO<sub>3</sub> et SO<sub>4</sub>) peut entraîner un phénomène de sensibilité croisée (résolution insuffisante).

1.2.4 Sauf indication contraire, il n'existe normalement pas d'interférence des ions bromure et phosphate sur l'étendue de dosage spécifiée.

1.2.5 Dans un éluant tamponné (par exemple, composé de carbonate/hydrogénocarbonate), le dosage n'est pas influencé par le pH de l'échantillon si celui-ci est compris entre 2 et 9.

1.2.6 Les rapports de concentration indiqués dans le tableau 1 ont été vérifiés expérimentalement pour diverses conditions opératoires représentatives. Aucune interférence n'a été observée avec un volume d'échantillon de 50 µl.

1.2.7 Ces remarques (en 1.2.4 à 1.2.6) ne sont valables que si les critères de qualité définis pour la colonne de séparation sont satisfaits (voir article 6) et si la conductivité électrique de l'échantillon est inférieure à 1 000 µS/cm (sauf pour l'ion fluorure

pour lequel elle doit être inférieure à 500  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ). Pour les échantillons naturels, la résolution ( $R$ ) doit être supérieure à 1,3 (voir figure 3).

**1.2.8** La présence de matières en suspension et de composés organiques (huiles minérales, détergents, acides humiques, etc.) peut abréger la durée de vie de la colonne. Il est donc préférable de les éliminer de l'échantillon avant de procéder à l'analyse (voir article 7).

**1.2.9** Des acides inorganiques, par exemple, l'acide de fluoroborate ou chlorite peuvent interférer avec la détermination.

**Tableau 1 — Sensibilité croisée des anions**

Rapport des concentrations en masse ion dosé/ion interférent		Concentration maximale admissible de l'ion interférent mg/l	
F/Cl	1:500	Somme de tous les autres ions	400
Cl/NO <sub>2</sub>	1:50	NO <sub>2</sub>	5
Cl/NO <sub>3</sub>	1:500	NO <sub>3</sub>	500
Cl/SO <sub>4</sub>	1:500	SO <sub>4</sub>	500
NO <sub>2</sub> /Cl	1:250	Cl	100
NO <sub>2</sub> /PO <sub>4</sub>	1:50	PO <sub>4</sub>	20
NO <sub>2</sub> /NO <sub>3</sub>	1:500	NO <sub>3</sub>	500
NO <sub>2</sub> /SO <sub>4</sub>	1:500	SO <sub>4</sub>	500
PO <sub>4</sub> /Cl	1:500	Cl	500
PO <sub>4</sub> /NO <sub>3</sub>	1:500	NO <sub>3</sub>	400
PO <sub>4</sub> /Br	1:100	Br	100
PO <sub>4</sub> /NO <sub>2</sub>	1:100	NO <sub>2</sub>	100
PO <sub>4</sub> /SO <sub>4</sub>	1:500	SO <sub>4</sub>	500
Br/Cl	1:500	Cl	500
Br/PO <sub>4</sub>	1:100	PO <sub>4</sub>	100
Br/NO <sub>3</sub>	1:50	NO <sub>3</sub>	100
Br/SO <sub>4</sub>	1:500	SO <sub>4</sub>	500
NO <sub>3</sub> /Cl	1:500	Cl	500
NO <sub>3</sub> /Br	1:100	Br	100
NO <sub>3</sub> /SO <sub>4</sub>	1:500	SO <sub>4</sub>	500
SO <sub>4</sub> /Cl	1:500	Cl	500
SO <sub>4</sub> /NO <sub>3</sub>	1:500	NO <sub>3</sub>	400

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite,

1) À publier. (Révision de l'ISO 5667-3:1985)

constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 10304. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 10304 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.*

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.*

ISO 5667-3:—<sup>1)</sup>, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

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.*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 10304-1:1992  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/92191862417480241029eef742af1b/iso-10304-1-1992>

**3 Principe**

Séparation des anions par chromatographie en phase liquide sur colonne. Utilisation d'un échangeur d'ions à faible facteur de capacité comme phase stationnaire et, en général, de solutions aqueuses de sels de mono- ou diacides faibles comme phase mobile (voir éluants, 4.11). Détection des anions par conductimétrie (le plus souvent). Dans certains cas, emploi d'un réacteur post-colonne (par exemple, à échange de cations) servant à diminuer la conductivité de l'éluant et à transformer les anions séparés en leurs acides correspondants.

NOTE 2 Si l'on n'utilise pas de réaction post-colonne, la conductivité de l'éluant doit être la plus faible possible. Une liste de documents de référence concernant la technique d'analyse est donnée dans l'annexe A.

## 4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit avoir une conductivité électrique inférieure à 0,1  $\mu\text{S}/\text{cm}$  et ne doit pas contenir de particules de diamètre supérieur à 0,45  $\mu\text{m}$ . L'accroissement de conductivité résultant de la dissolution de dioxyde de carbone ne perturbe pas le dosage.

### 4.1 Hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO<sub>3</sub>).

- 4.2 Carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).
- 4.3 Hydrogénophthalate de sodium ( $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$ ).
- 4.4 Fluorure de sodium (NaF).
- 4.5 Chlorure de sodium (NaCl).
- 4.6 Nitrite de sodium ( $\text{NaNO}_2$ ).
- 4.7 Dihydrogénophosphate de potassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ).
- 4.8 Bromure de sodium (NaBr).
- 4.9 Nitrate de sodium ( $\text{NaNO}_3$ ).
- 4.10 Sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ).

#### 4.11 Éluants.

Divers éluants sont utilisés suivant le type de colonne de séparation et de détecteur employés. Il convient donc de suivre les instructions du fabricant de la colonne pour définir la composition exacte de l'éluant. Les compositions décrites ci-dessous ne sont données qu'à titre d'exemple.

Préparer les éluants à partir d'eau dégazée. Veiller à empêcher toute redissolution ultérieure de gaz (par exemple, par superposition d'hélium). Pour éviter la prolifération de bactéries ou d'algues, conserver l'éluant à l'obscurité et le renouveler tous les 2 ou 3 jours.

##### 4.11.1 Exemples d'éluants pour chromatographie ionique avec réaction post-colonne.

Pour la chromatographie ionique avec réaction post-colonne, on utilise de l'hydroxyde de sodium et des solutions salines d'acides faiblement dissociés, par exemple, carbonate/hydrogénocarbonate de sodium, hydrogénocarbonate de sodium et tétraborate de sodium.

##### 4.11.1.1 Solution concentrée de carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium.

La solution concentrée suivante donne des résultats satisfaisants pour le prétraitement de l'échantillon et la préparation de l'éluant (voir 4.11.1.2).

Placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 25,4 g de carbonate de sodium (4.2) et 25,2 g d'hydrogénocarbonate de sodium (4.1) et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution contient 0,24 mol/l de carbonate de sodium et 0,3 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium et reste stable pendant plusieurs mois si elle est conservée de 4 °C à 6 °C.

##### 4.11.1.2 Préparation de l'éluant carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium.

L'éluant suivant donne des résultats satisfaisants pour le dosage simultané des ions F, Cl,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{PO}_4$ , Br,  $\text{NO}_3$  et  $\text{SO}_4$ .

Placer 50 ml de solution concentrée (4.11.1.1) dans une fiole jaugée de 5 000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution contient 0,002 4 mol/l de carbonate de sodium et 0,003 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium.

##### 4.11.2 Exemples d'éluants pour chromatographie ionique sans réaction post-colonne.

Pour la chromatographie ionique sans réaction post-colonne, on utilise des solutions salines, par exemple, d'hydrogénophthalate de potassium, d'acide *p*-hydroxybenzoïque, de borate/gluconate de sodium, ou de benzoate de sodium. La concentration des sels est généralement comprise entre 0,000 5 mol/l et 0,01 mol/l. La solution concentrée et l'éluant sont préparés comme décrit en 4.11.2.1. Il y a lieu de noter que certaines solutions concentrées des sels cités plus haut ne sont pas stables. Ajuster le pH de l'éluant après dilution de la solution concentrée.

##### 4.11.2.1 Solution concentrée d'hydrogénophthalate de potassium.

L'addition de la solution concentrée suivante à l'échantillon donne des résultats satisfaisants pour le prétraitement de l'échantillon et la préparation de l'éluant (voir 4.11.2.2).

Placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 20,5 g d'hydrogénophthalate de potassium (4.3) et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution contient 0,1 mol/l d'hydrogénophthalate de potassium et reste stable pendant assez longtemps (au moins un mois) si elle est conservée de 4 °C à 6 °C.

##### 4.11.2.2 Préparation de l'éluant d'hydrogénophthalate de potassium.

L'éluant suivant, par exemple, donne des résultats satisfaisants pour le dosage simultané des ions F, Cl,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{PO}_4$ , Br,  $\text{NO}_3$  et  $\text{SO}_4$ .

Placer 50 ml de solution concentrée (4.11.2.1) dans une fiole jaugée de 5 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et ajuster le pH à 8,5.

Cette solution contient 0,001 mol/l d'hydrogénophthalate de potassium.

Tableau 2 — Composition et prétraitement des solutions mères

Anion	Sel	Prétraitement par séchage <sup>1)</sup>		
		Durée h	Température °C	Quantité g
Fluorure	NaF	1	105	2,210 0
Chlorure	NaCl	2	105	1,648 4
Nitrite	NaNO <sub>2</sub>	1	105	1,499 8
Orthophosphate	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	1	105	1,433 0
Bromure	NaBr	6	105	1,287 7
Nitrate	NaNO <sub>3</sub>	24	105	1,370 7
Sulfate	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1	105	1,479 0

1) Après séchage, laisser refroidir les sels dans un dessiccateur hermétique.

#### 4.12 Solutions mères étalons.

Préparer pour chacun des anions (F, Cl, NO<sub>2</sub>, PO<sub>4</sub>, Br, NO<sub>3</sub> et SO<sub>4</sub>) une solution mère étalon de concentration égale à 1 000 mg/l.

Dans des fioles jaugées de 1 000 ml, dissoudre dans un peu d'eau la quantité voulue de chaque sel, préparé comme indiqué dans le tableau 2. Compléter au volume avec de l'eau. Ces solutions restent stables pendant plusieurs mois si elles sont conservées de 4 °C à 6 °C.

L'ion nitrite s'oxydant facilement en nitrate, il faut veiller à assurer la stabilité de sa concentration.

On peut également utiliser des solutions mères du commerce, de concentration voulue.

##### 4.12.1 Solutions étalons mixtes.

Suivant les besoins, on prépare à partir des solutions mères (4.12), des solutions étalons de composition anionique et de concentration différentes. Le risque d'évolution des concentrations sous l'effet de l'interaction avec le matériau constituant le récipient est d'autant plus élevé que la concentration des anions est faible. À cet égard, les récipients en polyéthylène ou polytétrafluoréthylène (PTFE) se sont avérés satisfaisants pour la conservation des solutions étalons de fluorure et de chlorure. L'expérience montre que les solutions étalons de nitrate sont plus stables dans des flacons en borosilicate.

Pour éviter toute contamination croisée, il convient d'utiliser toujours le même récipient pour une solution de composition et de concentration donnée.

##### 4.12.2 Solution mixte étalon I.

Les concentrations en masse de cette solution sont les suivantes:

$$\rho (\text{F, NO}_2, \text{PO}_4, \text{Br}) = 10 \text{ mg/l}$$

$$\rho (\text{Cl, NO}_3, \text{SO}_4) = 100 \text{ mg/l}$$

Prélever à la pipette les volumes indiqués dans le tableau 3 et les placer dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

Tableau 3 — Volumes des solutions mères utilisés pour la préparation de la solution mixte étalon I

Anion	Solution mère ml	Concentration de l'anion mg/l
F	1	10
Cl	10	100
NO <sub>2</sub>	1	10
PO <sub>4</sub>	1	10
Br	1	10
NO <sub>3</sub>	10	100
SO <sub>4</sub>	10	100

Conserver la solution dans un flacon en polyéthylène. À température comprise entre 4 °C et 6 °C, elle reste stable pendant environ une semaine.

##### 4.12.3 Solution mixte étalon II.

Les concentrations en masse de cette solution sont les suivantes:

$$\rho (\text{F, NO}_2, \text{PO}_4, \text{Br}) = 1 \text{ mg/l}$$

$$\rho (\text{Cl, NO}_3, \text{SO}_4) = 10 \text{ mg/l}$$



Prélever à la pipette, 10 ml de la solution mixte étalon I et les placer dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en polyéthylène. Même à température comprise entre 4 °C et 6 °C, elle ne reste stable que pendant 1 à 2 jours.

#### 4.12.4 Solution mixte étalon III.

Les concentrations en masse de cette solution sont les suivantes:

$$\rho (\text{F, NO}_2, \text{PO}_4, \text{Br}) = 0,1 \text{ mg/l}$$

$$\rho (\text{Cl, NO}_3, \text{SO}_4) = 1,0 \text{ mg/l}$$

Prélever à la pipette 1 ml de la solution mixte étalon I (4.12.2) et le placer dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en PTFE. La préparer le jour de l'emploi.

#### 4.13 Solution d'étalonnage anionique.

Suivant la concentration présumée des anions dans l'échantillon, utiliser les solutions mères ou les solutions étalons I ou II (4.12.2 et 4.12.3) pour préparer cinq à dix solutions d'étalonnage de concentrations couvrant, de façon aussi équidistante que possible, l'étendue de dosage présumée.

Procéder, par exemple, comme suit pour des concentrations comprises entre 0,1 mg/l et 1,0 mg/l pour F, NO<sub>2</sub>, PO<sub>4</sub>, Br et entre 1 mg/l et 10 mg/l pour Cl, NO<sub>3</sub>, SO<sub>4</sub>.

Prélever à la pipette, des volumes de 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 6 ml, 7 ml, 8 ml, 9 ml, 10 ml de la solution étalon (4.12.2), les transférer séparément dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau. Ajouter 1 ml de concentré d'éluant.

Les concentrations de ces solutions d'étalonnage sont indiquées dans le tableau 4.

Préparer les solutions d'étalonnage le jour de l'emploi.

#### 4.14 Solution d'essai à blanc.

Remplir d'eau jusqu'au trait une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 1 ml de concentré d'éluant (4.11.1.1 ou 4.11.2.1).

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

**5.1 Système de chromatographie ionique**, satisfaisant aux critères de qualité définis dans l'article 6, et se composant en général des éléments suivants (voir figure 1).

**5.1.1 Chromatographe à échange d'ions**, comprenant les éléments suivants:

- réservoir d'éluant;
- pompe avec effet de pulsation très faible;
- dispositif d'injection de l'échantillon (par exemple, boucle d'échantillonnage, 50 µl);
- pré-colonne (voir article 7);
- colonne de séparation satisfaisant aux critères de performance spécifiés (voir article 6);
- détecteur conductimétrique, avec ou sans réacteur post-colonne;
- dispositif d'enregistrement (par exemple, intégrateur avec table traçante).

**5.2 Matériel complémentaire**, comprenant les éléments suivants:

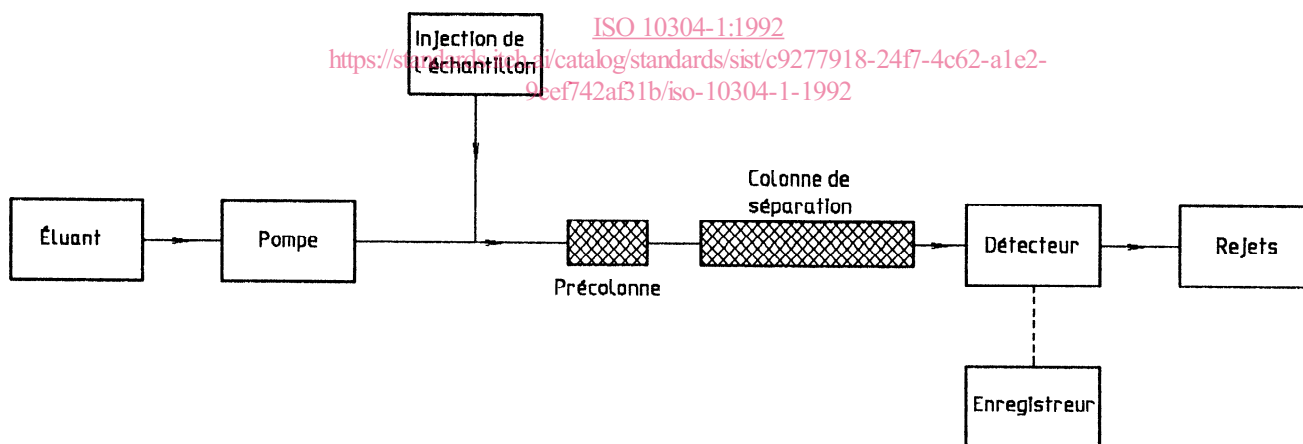
- étuve;
- dessiccateur;
- fioles jaugées de capacité nominale égale à 100 ml, 1 000 ml, et 5 000 ml;
- fioles jaugées de capacité nominale égale à 100 ml, en plastique, à utiliser pour les faibles concentrations (par exemple < 0,1 mg/l);
- pipettes graduées de capacités nominales allant de 1 ml à 10 ml, ou micro-seringues;
- appareil de filtration sur membrane avec membranes de porosité moyenne 0,45 µm.

**Tableau 4 — Concentration des anions dans les solutions d'étalonnage**

Anion	Concentration dans les solutions d'étalonnage mg/l
F	Étendue de dosage: 0,1 mg/l à 1,0 mg/l 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0
NO <sub>2</sub>	
PO <sub>4</sub>	
Br	
Cl	Étendue de dosage: 1,0 mg/l à 10,0 mg/l 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10
NO <sub>3</sub>	
SO <sub>4</sub>	

NOTE — L'addition de 1ml d'éluant concentré diminue la concentration des anions dans la solution d'étalonnage. Toutefois, cette erreur est compensée par le fait que l'échantillon subit le même traitement (voir article 7).

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



**Figure 1 — Représentation schématique d'un système de chromatographie ionique**

## 6 Critères de qualité de la colonne de séparation

La colonne de séparation constitue l'élément le plus important du système chromatographique. Son pouvoir de séparation dépend de divers facteurs opératoires tels que le contenu de la colonne et le type d'éluant utilisé. Dans le cadre de la présente partie de l'ISO 10304, n'utiliser que des colonnes assurant, au niveau de concentration de 1 mg/l, la séparation des pics jusqu'à la ligne de base pour tous les anions composant la solution étalon injectée (F, Cl, NO<sub>2</sub>, PO<sub>4</sub>, Br, NO<sub>3</sub>, SO<sub>4</sub>) (voir figure 2). Si l'on ne veut doser que certains des anions. La résolution ne doit donc pas être inférieure à  $R = 1,3$  (voir équation 1 et figure 3).

Calculer la résolution du pic,  $R$ , à l'aide de l'équation

$$R = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_1 + W_2} \quad \dots (1)$$

où

$t_{R1}$  est le temps de rétention du pic n° 1, en secondes;

$t_{R2}$  est le temps de rétention du pic n° 2, en secondes;

$W_1$  est la largeur à la base du pic n° 1, en secondes;

$W_2$  est la largeur à la base du pic n° 2, en secondes.

## 7 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon

Utiliser pour l'échantillonnage des flacons en polyéthylène ou en polytétrafluoréthylène (PTFE), neufs ou soigneusement rincés à l'eau (voir article 4). Pour éliminer tout risque de contamination de l'échantillon, ne pas employer d'acides minéraux ou de solutions détergentes alcalines pour le nettoyage.

Après réception de l'échantillon au laboratoire, le filtrer sur membrane (porosité 0,45 µm) pour éviter l'adsorption des anions sur les particules en suspension ou leur transformation par les bactéries. Prendre les mesures nécessaires pour empêcher la contamination de l'échantillon par la membrane (par exemple, en filtrant d'abord une partie de l'échantillon et en jetant le filtrat obtenu).

Pour stabiliser l'échantillon, le réfrigérer entre 4 °C et 6 °C ou le congeler jusqu'au moment de l'analyse. Si l'on veut doser les nitrites, il convient de remplir complètement le flacon d'échantillonnage.

Effectuer les analyses aussitôt que possible après le prélèvement pour éviter le risque de changement de concentration.

Pour éviter les réactions de précipitation dans la colonne et la chute du signal liée au passage du volume mort, ajouter à l'échantillon du concentré d'éluant (par exemple, 4.11.1.1 et 4.11.2.1) dans les proportions de 1 partie de concentré pour 100 parties d'échantillon. Une trop forte concentration de carbonate dans l'échantillon peut entraîner des problèmes d'interférence avec le dosage de l'ion fluorure. Compenser l'effet de dilution obtenu en appliquant le même traitement aux solutions d'étalonnage (voir 4.13). Il peut être nécessaire de diluer l'échantillon à analyser avec de l'eau et du concentré d'éluant.

Avant de procéder à l'injection dans l'analysant, filtrer à nouveau l'échantillon sur membrane (de porosité 0,45 µm) pour éliminer les particules en suspension éventuellement présentes. Veiller à empêcher toute formation de précipité contenant les anions à doser. Si l'échantillon contient également des composés organiques, par exemple des acides humiques, utiliser une précolonne (par exemple, résine à phase inversée contenant du RP C 18) pour protéger la colonne de séparation.

NOTE 3 En règle générale, il est possible d'utiliser deux types de précolonnes, contenant soit la même résine que la colonne principale, soit des polymères neutres macroporeux.

Traiter les solutions d'étalonnage de la même façon que les solutions d'échantillon.

## 8 Mode opératoire

Régler le chromatographe suivant les instructions du constructeur (il peut, par exemple, être prêt à fonctionner dès obtention d'une ligne de base stable). Procéder à l'étalonnage suivant la méthode décrite en 8.1. Injecter l'échantillon (prétraité) dans le chromatographe.

### 8.1 Étalonnage

Pour identifier les anions, on compare les temps de rétention obtenus pour l'échantillon et les solutions étalons (4.12.1, 4.12.2 ou 4.12.4), en tenant compte du fait qu'ils peuvent varier avec la concentration et la matrice. L'aire (ou la hauteur) du pic (signal) est proportionnelle à la concentration de l'anion.

Lors de la première évaluation du système chromatographique, et ensuite par intervalles, établir une courbe d'étalonnage suivant la méthode décrite ci-dessous (voir ISO 8466-1).

Préparer les solutions d'étalonnage et la solution d'essai à blanc comme décrit en 4.13 et 4.14.