
**Qualité de l'eau — Dosage, par
chromatographie ionique, des ions Li^+ , Na^+ ,
 NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+}
dissous — Méthode applicable pour l'eau et
les eaux résiduaires**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Water quality — Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} ,
 Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography — Method for water
and waste water*

ISO 14911:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae1ab17-bf0b-4937-8b75-70f7f3788c07/iso-14911-1998>



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 14911 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Introduction

Les prescriptions minimales essentielles pour un système par chromatographie ionique, appliqué dans le cadre de la présente Norme internationale, sont données à l'article 5.

La diversité des équipements appropriés et convenables et les étapes du mode opératoire qui en dépendent ne permettent qu'une description générale.

Pour de plus amples informations sur la technique d'analyse, se reporter aux références normatives (voir l'article 2) et à la bibliographie.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14911:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae1ab17-bf0b-4937-8b75-70f7f3788c07/iso-14911-1998>

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

ISO 14911:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae1ab17-bf0b-4937-8b75-70f7f3788c07/iso-14911-1998>

Qualité de l'eau — Dosage, par chromatographie ionique, des ions Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+} dissous — Méthode applicable pour l'eau et les eaux résiduaires

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage des cations Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+} dissous dans l'eau (par exemple eau potable, eaux de surface, eaux résiduaires).

En faisant subir un prétraitement approprié à l'échantillon (par exemple une dilution) et en utilisant un détecteur conductimétrique (CD), il est possible d'obtenir les gammes de travail données dans le tableau 1.

L'applicabilité de cette méthode pour les échantillons d'eaux résiduaires doit être vérifiée au cas par cas.

Tableau 1 — Gammes de travail de la méthode d'analyse

Cation	Gamme de travail type avec une boucle de 10 μl mg/l ¹⁾
Lithium	0,01 à 1
Sodium	0,1 à 10
Ammonium	0,1 à 10
Potassium	0,1 à 10
Manganèse	0,5 à 50
Calcium	0,5 à 50
Magnésium	0,5 à 50
Strontium	0,5 à 50
Baryum	1 à 100

1) La gamme de travail est limitée par la capacité d'échange ionique de la colonne de séparation. Si nécessaire, l'échantillon doit être dilué afin de se situer dans la gamme de travail, ou utiliser une boucle de 100 μl pour des gammes de travail inférieures.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. 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 Norme internationale 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 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

ISO 6058:1984, *Qualité de l'eau — Dosage du calcium — Méthode titrimétrique à l'EDTA.*

ISO 6059:1984, *Qualité de l'eau — Dosage de la somme du calcium et du magnésium — Méthode titrimétrique à l'EDTA.*

ISO 6333:1986, *Qualité de l'eau — Dosage du manganèse — Méthode spectrométrique à la formaldoxime.*

ISO 7980:1986, *Qualité de l'eau — Dosage du calcium et du magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique.*

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 8466-2:1993, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré.*

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

3 Interférences

3.1 Les composés organiques tels que des acides aminés ou des amines aliphatiques peuvent perturber le dosage des cations inorganiques. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ac1ab17-bf0b-4937-8b75-70f7f3788c07/iso-14911-1998>

3.2 En l'absence d'agent fortement complexant tel que l'acide pyridine-2,6-dicarboxylique dans la phase mobile, sans réaction post-colonne, il est possible que des cations tels que Zn^{2+} , Ni^{2+} et Cd^{2+} provoquent des interférences croisées.

3.3 Les sensibilités croisées avec d'autres cations, par exemple le manganèse, dépendent de la sélectivité de la colonne de séparation utilisée. Si les prescriptions de qualité décrites à l'article 8 ne sont pas respectées, l'échantillon doit être dilué.

3.4 Des sensibilités croisées peuvent se produire lors du dosage de NH_4^+ et Na^+ , s'il y a de grandes disparités entre les niveaux de concentration.

3.5 Les matériaux solides et les composés organiques (tels que les huiles minérales, les détergents et les acides humiques) réduisent la durée de vie des colonnes de séparation et sont donc éliminés de l'échantillon avant l'analyse (9.3).

4 Principe

Séparation par chromatographie en phase liquide des ions Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+} au moyen d'une colonne de séparation. Un échangeur de cations de faible capacité est utilisé comme phase stationnaire et, généralement, des solutions aqueuses de mono- ou di-acides comme phase mobile (éluant, 6.16).

Ces cations sont détectés par conductimétrie (CD). Il est essentiel que la conductivité des éluants soit suffisamment faible. C'est pourquoi les détecteurs conductimétriques sont souvent associés à un réacteur post-colonne (tel qu'un échangeur d'anions), ce qui réduit la conductivité de l'éluant et transforme les cations séparés en leur base correspondante.

Lorsque la conductivité est détectée sans suppression chimique, la variation de la conductivité due aux ions se mesure aussitôt après la colonne. Il convient que cette différence soit aussi importante que possible et que la température de la cellule du détecteur soit stabilisée à $\pm 0,1^\circ\text{C}$ près.

La concentration de chaque cation est déterminée par étalonnage de l'ensemble du mode opératoire. Des cas particuliers peuvent nécessiter un étalonnage au moyen des ajouts dosés (dopage).

5 Prescriptions minimales essentielles

Les prescriptions minimales essentielles pour un système par chromatographie ionique, appliqué dans le cadre de la présente Norme internationale, sont les suivantes.

- a) Pouvoir de résolution (R) de la colonne: Pour le cation à déterminer, il est essentiel que la résolution du pic ne soit pas inférieure à $R = 1,3$ (voir l'article 8 et la figure 3).
- b) Méthode de détection: Mesurage de la conductivité électrique avec ou sans réacteur post-colonne.
- c) Applicabilité de la méthode: Gammes de travail conformes au tableau 1.
- d) Étalonnage (10.2): Étalonnage et détermination de la gamme de travail linéaire (voir l'ISO 8466-1) ou quadratique (voir l'ISO 8466-2). Utilisation de la technique des ajouts dosés dans des cas particuliers d'application (voir 10.3).
- e) Qualité analytique garantie (10.3.2): Contrôle de validité de la fonction d'étalonnage. Déterminations répétées, si nécessaire.

6 Réactifs

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue. Effectuer la pesée avec une exactitude de $\pm 1\%$ par rapport à la masse nominale. L'eau doit avoir une conductivité électrique inférieure à $0,01\text{ mS/m}$ et ne doit contenir aucune particule de taille supérieure à $0,45\text{ }\mu\text{m}$.

6.1 Chlorhydrate d'acide DL-2,3-diamino propionique (DAP), $\text{C}_3\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\cdot\text{HCl}$.

6.2 Solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 7,7\text{ mol/l}$.

6.3 Acide méthanesulfonique, $\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}$ ($\geq 99\%$).

6.4 Acide pyridine-2,6-dicarboxylique (PDA), $\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_4$.

6.5 Acide tartrique, $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$.

6.6 Solution d'acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 1\text{ mol/l}$.

6.7 Nitrate de lithium, LiNO_3 .

6.8 Nitrate de sodium, NaNO_3 .

6.9 Chlorure d'ammonium, NH_4Cl .

6.10 Nitrate de potassium, KNO_3 .

6.11 Nitrate de manganèse tétrahydraté, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

6.12 Nitrate de calcium tétrahydraté, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

6.13 Nitrate de magnésium hexahydraté, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

6.14 Nitrate de strontium, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$.

6.15 Nitrate de baryum, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$.

6.16 Éluants, leur choix dépend du type de colonne de séparation et du type de détecteur.

Suivre les instructions du fabricant de la colonne pour la composition exacte des éluants. Les compositions d'éluant décrites en 6.16.1.1, 6.16.1.2, 6.16.2.1.1 et 6.16.2.2 ne sont que des exemples.

Les paragraphes 6.1 à 6.6 proposent un choix de réactifs pour les éluants fréquents.

Dégazer tous les éluants ou préparer les éluants à partir d'eau dégazée. Éviter toute nouvelle dissolution de gaz pendant l'opération (par superposition d'hélium, par exemple). Conserver les éluants dans l'obscurité et les renouveler selon nécessité.

6.16.1 Exemples d'éluants pour la chromatographie ionique avec réaction post-colonne

Pour l'utilisation de la réaction post-colonne, des solutions qui contiennent des acides forts tels que l'acide chlorhydrique ou l'acide méthanesulfonique, ou encore des mélanges de ces acides avec du DAP (6.1) peuvent être utilisés. Il est possible, mais non recommandé, d'utiliser des concentrés d'éluants.

6.16.1.1 Éluant acide chlorhydrique/DAP

*Il est possible d'utiliser l'éluant suivant pour doser Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+} :

Placer 5,2 ml d'une solution d'acide chlorhydrique (6.2) et $(0,562 \pm 0,006)$ g de DAP (6.1) dans une fiole jaugée de capacité nominale de 1 000 ml et compléter à 1 000 ml avec de l'eau dégazée.

La solution contient 0,04 mol/l d'acide chlorhydrique et 0,004 mol/l de DAP (6.1). Conserver la solution à une température comprise entre 4 °C et 6 °C et la renouveler tous les 7 jours.

6.16.1.2 Éluant d'acide méthanesulfonique

, K Il est possible d'utiliser l'éluant suivant pour doser Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+} :

Placer 1,3 ml d'une solution d'acide méthanesulfonique (6.3) dans une fiole jaugée de capacité nominale de 1 000 ml et compléter à 1 000 ml avec de l'eau dégazée.

La solution contient 0,02 mol/l d'acide méthanesulfonique. Renouveler l'éluant tous les 3 jours.

6.16.2 Exemples d'éluants pour chromatographie ionique sans réaction post-colonne

Dans le cas de chromatographie ionique sans réaction post-colonne, des acides tels que l'acide nitrique, l'acide tartrique ou l'acide oxalique sont employés. Les solutions peuvent contenir des ajouts divers tels que des alcools. La concentration des acides est généralement comprise entre 0,001 mol/l et 0,01 mol/l. Les solutions concentrées et les solutions d'éluants sont préparées comme décrit en 6.16.

6.16.2.1 Concentré d'acide tartrique/PDA

Le concentré d'éluants a donné des résultats satisfaisants pour la préparation d'éluants (6.16.2.1.1).

Placer $(1,671 \pm 0,017)$ g de PDA (6.4) dans un bécher de 1 000 ml et ajouter environ 500 ml d'eau (article 6). Mélanger et dissoudre par chauffage ($60\text{ }^\circ\text{C}$ à $80\text{ }^\circ\text{C}$). Après refroidissement, ajouter $(6,003 \pm 0,060)$ g d'acide tartrique (6.5), transvaser la solution refroidie dans une fiole jaugée de capacité nominale de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

La solution contient 0,01 mol/l de PDA et 0,04 mol/l d'acide tartrique. Elle reste stable pendant 1 mois si elle est conservée à une température comprise entre $4\text{ }^\circ\text{C}$ et $6\text{ }^\circ\text{C}$.

[ISO 14911:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae1ab17-bf0b-4937-8b75-70f7f3788c07/iso-14911-1998)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae1ab17-bf0b-4937-8b75-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae1ab17-bf0b-4937-8b75-70f7f3788c07/iso-14911-1998)

6.16.2.1.1 Éluant d'acide tartrique/PDA

Pour le dosage de Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+} , l'éluant suivant a donné des résultats satisfaisants:

Verser 100 ml du concentré (6.16.2.1) dans une fiole jaugée de capacité nominale de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau (article 6).

La solution contient 0,001 mol/l de PDA et 0,004 mol/l d'acide tartrique. L'éluant a un pH de 2,8. Le renouveler tous les 3 jours.

6.16.2.2 Éluant d'acide nitrique

Pour le dosage de Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+} , l'éluant suivant a donné des résultats satisfaisants:

Verser 500 ml d'eau (article 6) dans une fiole jaugée de capacité nominale de 1 000 ml, ajouter 20 ml de la solution d'acide nitrique (6.6) et compléter au volume avec de l'eau.

La solution contient 0,02 mol/l d'acide nitrique. Renouveler l'éluant tous les 3 jours.

6.17 Solutions mères

Préparer des solutions mères de concentration $\rho = 1\text{ 000 mg/l}$ pour chacun des cations Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+} :

Dans des fioles jaugées en polyéthylène de capacité nominale de 1 00 ml, dissoudre la masse appropriée de chaque substance préparée conformément au tableau 2 dans environ 800 ml d'eau, (article 6, dégazée au nitrogène ou à l'hélium) et ajouter 1 ml de solution d'acide nitrique (6.6). Compléter au volume avec de l'eau. Les solutions sont stables pendant 6 mois si elles sont conservées à une température comprise entre 4 °C et 6 °C dans des flacons en polyéthylène.

Tableau 2 — Masse de la prise d'essai et suggestions de conservation des solutions mères

Cation	Sel ¹⁾	Concentration dérivée de la prise d'essai de la substance g/l	Prétraitement	Conservation dans des flacons en polyéthylène à une température comprise entre 4 °C et 6 °C
Lithium	LiNO ₃	9,933 7 ± 0,099	Séchage à (105 ± 5) °C pendant 2 h	Dans 0,001 mol/l de HNO ₃ ²⁾
Sodium	NaNO ₃	3,697 9 ± 0,037	Séchage à (105 ± 5) °C	Dans de l'eau
Ammonium	NH ₄ Cl	2,965 5 ± 0,030	Séchage à (105 ± 5) °C	Dans de l'eau
Potassium	KNO ₃	2,586 0 ± 0,026	Séchage à (105 ± 5) °C	Dans de l'eau
Manganèse	Mn(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O	4,569 0 ± 0,046 ³⁾	Séchage dans un dessiccateur	Dans 0,001 mol/l de HNO ₃ ²⁾
Calcium	Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O	5,892 0 ± 0,059 ³⁾	Séchage dans un dessiccateur	Dans 0,001 mol/l de HNO ₃ ²⁾
Magnésium	Mg(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	10,549 7 ± 0,105 ³⁾	Séchage dans un dessiccateur	Dans 0,001 mol/l de HNO ₃ ²⁾
Strontium	Sr(NO ₃) ₂	2,415 3 ± 0,024	Séchage à (105 ± 5) °C	Dans 0,001 mol/l de HNO ₃ ²⁾
Baryum	Ba(NO ₃) ₂	1,903 1 ± 0,019	Séchage à (105 ± 5) °C	Dans 0,001 mol/l de HNO ₃ ²⁾

1) Il est également possible d'utiliser des solutions disponibles dans le commerce qui ont la concentration en cations et en acide nitrique voulue.

2) Contrôler la teneur en analyte avant utilisation.

3) Ajustement du titrage nécessaire avant utilisation (pour Mn: conformément à l'ISO 633; pour Ca/Mg: conformément à l'ISO 7980 ou à l'ISO 6058, respectivement l'ISO 6059).

6.18 Solutions étalons mixtes

En fonction des concentrations supposées, préparer des solutions étalons de différentes compositions et concentrations en cations à partir des solutions mères (6.17). 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 cations est faible. Plus la concentration en sodium et en potassium de la solution étalon est faible, plus la probabilité d'un changement de concentration dû à une interaction avec le matériau du récipient est grande. Conserver les solutions étalons dans des récipients en polyéthylène.

6.18.1 Solution étalon mixte de Li^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} et Ba^{2+}

Les concentrations en masse des solutions sont données dans le tableau 3. Si seulement certains des cations répertoriés dans les tableaux 3 et 4 sont à doser, les étapes suivantes s'appliquent uniquement à ces cations.

Dans une fiole jaugée en polyéthylène, de capacité nominale de 100 ml, verser environ 50 ml d'eau (article 6), ajouter 1 ml de solution d'acide nitrique (6.6) et prélever à la pipette le volume de chaque substance indiqué dans le tableau 3, puis compléter au volume avec de l'eau (article 6). Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène. Conservée à une température comprise entre 2 °C et 6 °C, la solution demeure stable pendant 1 semaine.

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

Cation	Solution mère	Concentration du cation
	ml	mg/l
Li^+	0,5	5
Na^+	1,0	10
NH_4^+	1,0	10
K^+	2,0	20
Mn^{2+}	2,0	20
Ca^{2+}	2,0	20
Mg^{2+}	2,0	20
Sr^{2+}	5,0	50
Ba^{2+}	10,0	100

ISO 14911:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8ae1ab17-bf0b-4937-8b75-7612788c0756/iso-14911-1998>

Il est possible de préparer d'autres solutions étalons mixtes par des dilutions respectives de la solution étalon mixte.

6.19 Solutions étalons de cations

Suivant la concentration supposée des cations, utiliser les solutions mères ou les solutions étalons mixtes (6.17 ou 6.18.1) pour préparer 5 à 10 solutions d'étalonnage couvrant, de façon aussi équidistante que possible, l'étendue de travail supposée.

Par exemple, procéder comme suit, pour les gammes suivantes:

- a) 0,05 mg/l à 0,5 mg/l Li^+
- b) 0,1 mg/l à 1,0 mg/l Na^+ , NH_4^+
- c) 0,2 mg/l à 2,0 mg/l K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+}
- d) 0,5 mg/l à 5,0 mg/l Sr^{2+}
- e) 1,0 mg/l à 10,0 mg/l Ba^{2+}

Au moyen d'une pipette, verser dans une série de fioles jaugées en polyéthylène de capacité nominale de 100 ml, un volume de 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 6 ml, 7 ml, 8 ml, 9 ml et 10 ml de la solution étalon mixte (6.18.1), ajouter 0,1 ml de solution d'acide nitrique (6.6) et compléter au volume avec de l'eau (article 6).

Les concentrations des solutions d'étalonnage sont indiquées dans le tableau 4. Préparer les solutions d'étalonnage le jour de leur utilisation.