

---

---

**Qualité de l'eau — Dosage de six agents  
complexants — Méthode par  
chromatographie en phase gazeuse**

*Water quality — Determination of six complexing agents — Gas-  
chromatographic method*

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

[ISO 16588:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-0521c02ccdab/iso-16588-2002)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-  
0521c02ccdab/iso-16588-2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-0521c02ccdab/iso-16588-2002)



**PDF — Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

ISO 16588:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-0521c02ccdab/iso-16588-2002>

© ISO 2002

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'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

**Sommaire**

	Page
1 Domaine d'application .....	1
2 Références normatives .....	1
3 Principe .....	2
4 Interférences .....	2
5 Réactifs .....	2
6 Appareillage .....	4
7 Échantillonnage et stabilisation des échantillons .....	5
8 Mode opératoire .....	5
9 Étalonnage .....	8
10 Expression des résultats .....	9
11 Rapport d'essai .....	10

**Annexe**

A Exemples de colonnes, d'un chromatogramme et de spectres de masse .....	11
Bibliographie.....	13

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-0521c02ccdab/iso-16588-2002>

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 16588 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ISO 16588:2002  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-0521c02ccdab/iso-16588-2002>

## Introduction

Il est essentiel que l'essai conduit selon la présente Norme internationale soit effectué par un personnel convenablement qualifié.

Il convient de vérifier si des problèmes particuliers nécessitent la spécification de conditions supplémentaires, et dans quelle mesure.

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

ISO 16588:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-0521c02ccdab/iso-16588-2002>

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

ISO 16588:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-0521c02ccdab/iso-16588-2002>

# Qualité de l'eau — Dosage de six agents complexants — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale soient familières des pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale ne prétend pas aborder tous les éventuels problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des pratiques de santé et de sécurité appropriées et de s'assurer de la conformité aux exigences réglementaires nationales.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour le dosage des agents complexants organiques solubles dans l'eau répertoriés au Tableau 1, dans la gamme de concentrations allant de 0,5 µg/l à 200 µg/l si un volume d'échantillon compris entre 50 ml et 100 ml est utilisé. Il est possible de modifier la gamme de concentrations pour l'analyse de dilutions. La méthode est applicable à l'eau potable, aux eaux souterraines, aux eaux de surface et aux eaux usées.

Pour l'analyse d'eaux usées, il est recommandé de diluer un volume d'échantillon plus petit, par exemple 5 ml à 10 ml, pour réduire les effets de matrices.

L'adsorption des six agents complexants par les matières solides est négligeable.

La présente méthode permet également d'effectuer le dosage d'autres agents complexants de composition similaire, sous réserve qu'ils réagissent de la même manière lors du prétraitement des échantillons, de la dérivation et de la chromatographie en phase gazeuse. Cela doit faire l'objet d'un contrôle dans chaque cas individuel.

**Tableau 1 — Agents complexants pouvant être dosés par la présente méthode**

N°	Nom	Composition	Masse moléculaire	Numéro CAS <sup>a</sup>
1	EDTA – acide éthylènedinitrilotétraacétique	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O <sub>8</sub> N <sub>2</sub>	292,25	60-00-4
2	NTA – acide nitrilotriacétique	C <sub>6</sub> H <sub>9</sub> O <sub>6</sub> N	191,14	139-13-9
3	DTPA – acide diéthylènetrinitripentaacétique	C <sub>14</sub> H <sub>23</sub> O <sub>10</sub> N <sub>3</sub>	393,35	67-43-6
4	MGDA – acide méthylglycinediacétique	C <sub>7</sub> H <sub>11</sub> O <sub>6</sub> N	205,17	29578-05-0
5	β-ADA – acide β-alaninediacétique	C <sub>7</sub> H <sub>11</sub> O <sub>6</sub> N	205,17	6245-75-6
6	1,3-PDTA – acide 1,3-propylènedinitrilotétraacétique	C <sub>11</sub> H <sub>18</sub> O <sub>8</sub> N <sub>2</sub>	306,27	1939-36-2

<sup>a</sup> CAS: Chemical Abstracts System (= Système d'abréviations chimiques).

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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*

### 3 Principe

Stabilisation de l'échantillon pour essai avec du formaldéhyde et évaporation jusqu'à siccité. Ajout d'acide chlorhydrique ou d'acide formique et nouvelle évaporation jusqu'à siccité. Estérification des agents complexants en esters *n*-propyle, iso-propyle ou *n*-butyle. Addition d'eau et extraction des esters au *n*-hexane. Séparation par chromatographie en phase gazeuse, puis identification et quantification avec un détecteur sensible à l'azote ou par spectrométrie de masse.

Pour le dosage d'EDTA, de DTPA et de 1,3-PDTA, utiliser de l'acide 1,2-propylènedinitrilotétracétique (1,2-PDTA) comme étalon interne pour l'ensemble du mode opératoire. En cas d'utilisation d'un détecteur sensible à l'azote, utiliser du nitrile d'hepta- et/ou octadécane comme étalon témoin pour l'étape de chromatographie en phase gazeuse. Il est possible d'utiliser du 1-chlorotétradécane comme étalon témoin si une détection par spectrométrie de masse est choisie.

Des témoins marqués au  $^{13}\text{C}$  peuvent être utilisés comme solution alternative.

### 4 Interférences

En dépit de leur stabilité, les complexes de ces agents complexants avec des métaux lourds sont résolus et les agents complexants sont dosés, sauf dans le cas du bismuth. Avec les échantillons contenant du bismuth dans des concentrations  $> 100 \mu\text{g/l}$ , il est possible d'avoir des pertes.

En cas de fortes concentrations en sel ( $> 2 \text{ g/l}$  de NaCl, ce qui correspond à une conductivité électrique de l'ordre de  $400 \text{ mS/m}$ ), la réduction jusqu'à siccité peut se révéler difficile. L'élimination complète de l'eau est cependant nécessaire pour procéder ensuite à l'estérification. Il est donc nécessaire de diluer les échantillons ou de prélever de plus petits volumes d'échantillon. En présence d'ions calcium en concentrations excédant  $200 \text{ mg/l}$  de  $\text{Ca}^{2+}$ , des pertes d'EDTA se produiront.

### 5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être exempts d'impuretés, lesquelles sont susceptibles d'interférer avec les réactions. Tout au long du présent mode opératoire, utiliser uniquement de l'eau déionisée (5.1).

**5.1 Eau déionisée**, conforme à la qualité 1 telle que définie dans l'ISO 3696.

**5.2 Gaz pour chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse**, tels que définis par les fabricants des instruments.

**5.3 Azote**, de pureté  $\geq 99,996 \%$ .

**5.4 *n*-Propanol**, ou **iso-propanol**, ou ***n*-butanol**, pour la préparation du réactif d'estérification (5.6).

**5.5 Chlorure d'acétyle**.



## 5.6 Réactif d'estérification.

Dans un bécher de 400 ml, mélanger soigneusement, en tournant, 90 ml de *n*-propanol ou d'iso-propanol ou de *n*-butanol (5.4) avec 10 ml de chlorure d'acétyle (5.5).

**AVERTISSEMENT — Un fort dégagement de chaleur est généré.**

Le mélange est stable pendant au moins 1 mois à température ambiante.

## 5.7 Composés de référence.

5.7.1 **Acide nitrilotriacétique (NTA)**,  $C_6H_9O_6N$ , de pureté  $\geq 99\%$ .

5.7.2 **Acide éthylènediaminotétracétique (EDTA)**,  $C_{10}H_{16}O_8N_2$ , de pureté  $\geq 99\%$ .

5.7.3 **Acide diéthylènetrinitriopentaacétique (DTPA)**,  $C_{14}H_{23}O_{10}N_3$ , de pureté  $\geq 99\%$ .

5.7.4 **Acide méthylglycinediacétique (MGDA)**,  $C_7H_{11}O_6N$ .

5.7.5 **Acide  $\beta$ -alaninediacétique ( $\beta$ -ADA)**,  $C_7H_{11}O_6N$ .

5.7.6 **Acide 1,3-propylènedinitrilotétracétique (1,3-PDTA)**,  $C_{11}H_{18}O_8N_2$ , de pureté  $\geq 99\%$ .

5.7.7 **Composés de référence (5.7.1 à 5.7.6) marqués au  $^{13}C$**  (facultatifs).

## 5.8 Étalons de contrôle et étalon interne.

5.8.1 **Nitrile d'octadécane**,  $C_{18}H_{35}N$ , de pureté  $> 98\%$ .

5.8.2 **Nitrile d'heptadécane**,  $C_{17}H_{33}N$ , de pureté  $> 98\%$ .

5.8.3 **1-Chlorotétradécane**,  $C_{14}H_{29}Cl$ , de pureté  $> 98\%$ .

5.8.4 **Acide 1,2-propylènedinitrilotétracétique (1,2-PDTA)**,  $C_{11}H_{18}N_2O_8$ , de pureté  $> 98\%$ .

5.9 **Formaldéhyde**, solution aqueuse à 37 % en volume.

5.10 ***n*-Hexane**.

5.11 **Sulfate de sodium**, anhydre.

5.12 **Solution d'hydroxyde de sodium**,  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ .

5.13 **Acide chlorhydrique**,  $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/l}$ .

5.14 **Acide chlorhydrique**,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ .

5.15 **Acide formique**, solution aqueuse à 50 % en volume.

5.16 **Solutions mères pour étalonnage**, 1 g/l.

Préparer des solutions mères dans des concentrations en masse de 1 g/l comme suit. Peser 100 mg de chacun des agents complexants 5.7.1 à 5.7.6 et 5.8.4 dans des fioles graduées de 100 ml, dissoudre dans 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.12) et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

Stockées au réfrigérateur dans des flacons en verre brun, les solutions mères sont stables pendant au moins 3 mois.

**5.17 Solutions mères intermédiaires**, 1 mg/l et 10 mg/l.

Avant chaque série d'analyses, préparer des solutions mères intermédiaires de 10 mg/l et de 1 mg/l en diluant les solutions mères (5.16) avec de l'eau (5.1).

**5.18 Étalon de contrôle au nitrile**, 0,5 mg/l.

Dissoudre 100 mg de nitrile d'octadécane (5.8.1) et/ou de nitrile d'heptadécane (5.8.2) dans 100 ml de *n*-hexane (5.10).

Stocker la solution au réfrigérateur à 4 °C.

La solution est stable pendant au moins 3 mois.

Préalablement à l'emploi, préparer une dilution de *n*-hexane d'une concentration en masse de 0,5 mg/l.

**5.19 Étalon de contrôle au 1-chlorotétradécane**, 0,5 mg/l.

Dissoudre 100 mg de 1-chlorotétradécane (5.8.3) dans 100 ml de *n*-hexane (5.10).

Stocker la solution à 4 °C au réfrigérateur.

La solution est stable pendant au moins 3 mois.

Préalablement à l'emploi, préparer une dilution de *n*-hexane d'une concentration en masse de 0,5 mg/l.

**6 Appareillage**

**6.1 Verrerie**, exclusivement réservée au dosage des agents complexants.

L'utilisation de détergents peut provoquer une contamination. En cas de contamination, rincer la verrerie avec de l'hydroxyde de sodium (5.12).

**6.2 Bain à ultrasons.**

**6.3 Dispositif de chauffage**, de préférence une étuve, permettant d'évaporer des échantillons d'eau jusqu'à siccité.

**6.4 Dispositif permettant d'établir un flux d'azote à débit réglable à la surface des échantillons d'eau** pendant le processus d'évaporation dans le dispositif de chauffage (6.3).

**6.5 Évaporateur rotatif.**

**6.6 Bloc chauffant**, pour l'estérification à  $(90 \pm 3)$  °C d'échantillons dans les fioles d'échantillons (6.8).

Au cours de l'estérification, insérer les fioles d'échantillons dans le bloc chauffant sur environ la moitié de leur volume (utiliser des bagues métalliques pour les tenir en place).

**6.7 Pipettes**, de 0,1 ml à 10 ml, ou distributeurs.

**6.8 Fioles à usage unique avec septum en PTFE** (PTFE = polytétrafluoroéthylène), de 3 ml et 12 ml.

**6.9 pH-mètre**, ayant une exactitude de  $\pm 0,1$ .

**6.10 Bêchers**, de 400 ml.

**6.11 Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur par spectrométrie de masse.**

**6.12 Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur d'azote (NPD).**

**6.13 Colonne capillaire pour chromatographie en phase gazeuse**, en silice fondue, ayant les caractéristiques suivantes (à titre d'exemple): longueur comprise entre 20 m et 30 m; diamètre intérieur compris entre 0,25 mm et 0,33 mm; phase stationnaire: 100 % diméthylpolysiloxane ou 95 % diméthylpolysiloxane, plus 5 % diphenylpolysiloxane; épaisseur du film comprise entre 0,1  $\mu\text{m}$  et 0,3  $\mu\text{m}$  (voir annexe A).

**6.14 Microseringues**, de capacités appropriées.

**6.15 Fioles graduées**, 50 ml et 100 ml.

**6.16 Éprouvettes graduées**, 50 ml et 100 ml.

**6.17 Dispositif de mesure de la conductivité.**

**6.18 Microséparateur**, tel celui décrit à la référence [7] (voir la Bibliographie).

## 7 Échantillonnage et stabilisation des échantillons

Prélever les échantillons conformément à l'ISO 5667-1 et à l'ISO 5667-2.

Placer les échantillons dans des flacons en verre ou en plastique. Pour le nettoyage des flacons, se reporter à 6.1. Afin d'éviter toute perte des agents complexants par dégradation biologique, ajouter, immédiatement après le prélèvement, la solution de formaldéhyde (5.9) dans la proportion de 1:100.

Conserver les échantillons stabilisés à 4 °C à l'abri de la lumière pendant 1 mois au maximum.

[ISO 16588:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-0521c02ccdab/iso-16588-2002)

**8 Mode opératoire** <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b42bec5a-2c8b-4a5a-9ad1-0521c02ccdab/iso-16588-2002>

### 8.1 Prétraitement des échantillons

Prélever des échantillons pour essai directement de l'échantillon décanté. Il est aussi possible de centrifuger l'échantillon.

Mesurer le carbone organique dissous (COD) et la conductivité de l'échantillon.

L'adsorption des six agents complexants sur les matières solides déposées peut être négligée. Cependant, si la méthode est appliquée à d'autres agents complexants, il faut contrôler ce facteur pour chaque composé individuel.

Si le COD est  $< 20 \text{ mg/l}$ , ajouter du 1,2-PDTA (ou les composés marqués au  $^{13}\text{C}$ ) en tant qu'étalon interne dans à peu près la même concentration que celle des agents complexants à doser.

Évaporer 50 ml à 100 ml de l'échantillon jusqu'à siccité, de préférence dans une étuve (6.3). Dissoudre le résidu dans 10 ml d'acide chlorhydrique (5.14) ou d'acide formique (5.15) et transférer quantitativement dans une fiole de 12 ml (6.8). Évaporer l'échantillon acidifié jusqu'à siccité dans un bloc chauffant (6.6) ou dans un évaporateur rotatif (6.5) à  $(90 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$  sous un flux d'azote continu.

Dans le cas d'échantillons dont la concentration en COD est supérieure à 20 mg/l, utiliser un volume d'échantillon plus petit, de manière que la teneur (absolue) en COD ne dépasse pas 2 mg. En outre, si la salinité est élevée, il y a lieu d'adapter le mode opératoire en conséquence (voir article 4). Les petits volumes d'échantillons peuvent être transférés directement dans la fiole à échantillons de 12 ml et traités avec de l'acide chlorhydrique.

Les eaux usées fortement alcalines peuvent nécessiter l'addition d'une plus grande quantité d'acide chlorhydrique.