
**Qualité de l'eau — Dosage des anions
dissous par chromatographie des ions
en phase liquide —**

Partie 1:

**Dosage du bromure, chlorure, fluorure,
nitrate, nitrite, phosphate et sulfate**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Water quality — Determination of dissolved anions by liquid
chromatography of ions —*

*Part 1: Determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite,
phosphate and sulfate*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007>



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 10304-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2007

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 du 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.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 Interférences	2
4 Principe	2
5 Réactifs	3
6 Appareillage	5
7 Échantillon et prétraitement de l'échantillon	7
8 Mode opératoire	8
9 Calcul	9
10 Expression des résultats	9
11 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Données de performance	11
Annexe B (informative) Interférences vérifiées	15
Bibliographie	16

iTeH STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 ISO 10304-1:2007
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007>

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 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.

L'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*.

Cette deuxième édition de l'ISO 10304-1 annule et remplace les éditions ISO 10304-1:1992 et ISO 10304-2:1995, qui ont fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 10304 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Dosage des anions dissous par chromatographie des ions en phase liquide*:

- *Partie 1: Dosage du bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, phosphate et sulfate*
- *Partie 3: Dosage des ions chromate, iodure, sulfite, thiocyanate et thiosulfate*
- *Partie 4: Dosage des ions chlorate, chlorure et chlorite dans des eaux faiblement contaminées*

Introduction

Il convient que l'utilisateur ait à l'esprit que des problèmes particuliers sont susceptibles de nécessiter la spécification de conditions secondaires supplémentaires non fournies dans la présente partie de l'ISO 10304.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 10304-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10304-1:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007>

Qualité de l'eau — Dosage des anions dissous par chromatographie des ions en phase liquide —

Partie 1: Dosage du bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, phosphate et sulfate

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale maîtrise les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'observer des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de veiller à respecter la conformité avec l'ensemble des réglementations nationales.

IMPORTANT — Il est indispensable que les essais menés selon la présente Norme internationale le soient par du personnel qualifié.

iTeh STANDARD PREVIEW

1 Domaine d'application (standards.iteh.ai)

La présente partie de l'ISO 10304 spécifie une méthode pour le dosage des ions bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate dissous dans l'eau, par exemple l'eau potable, les eaux souterraines, les eaux de surface, les eaux usées, les lixiviats et l'eau de mer par chromatographie des ions en phase liquide.

La limite inférieure d'application est $\geq 0,05$ mg/l pour les ions bromure et nitrite, et $\geq 0,1$ mg/l pour les ions chlorure, fluorure, nitrate, orthophosphate et sulfate. La limite inférieure d'application dépend de la matrice et des interférences rencontrées.

Le domaine de travail peut être étendu à des concentrations plus faibles (par exemple $\geq 0,01$ mg/l) si un prétraitement approprié de l'échantillon (par exemple conditions en vue d'analyses de traces, technique de préconcentration) est appliqué, et/ou si un détecteur ultraviolet (UV) est utilisé (pour les ions bromure, nitrate et nitrite).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

ISO 8466-1, *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, *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*

3 Interférences

3.1 Acides organiques

Les acides organiques aliphatiques tels que les acides monocarboxyliques ou dicarboxyliques peuvent interférer avec la séparation des anions.

3.2 Sulfite

L'anion sulfite peut entraîner un biais positif pour l'anion sulfate, attribuable à une auto-oxydation. Dans ce cas, l'échantillon peut être ajusté à pH 10 et une solution de formaldéhyde est ajoutée afin de stabiliser l'ion sulfite, si nécessaire.

3.3 Métaux

Il convient de vérifier la présence de métaux (par exemple des métaux alcalino-terreux, des métaux de transition, des métaux lourds) interférant éventuellement avec les anions étudiés et de les éliminer à l'aide d'échangeurs de cations spéciaux (par exemple une cartouche conditionnée sous forme H ou Na).

NOTE En fonction de la matrice de l'échantillon, l'utilisation des échangeurs de cations sous forme H peut être à l'origine des pertes d'anions fluorure et nitrite.

4 Principe

iTeh STANDARD PREVIEW

L'échantillon est préalablement traité afin d'éliminer les substances solides (voir Article 7), les ions sulfite et métalliques, si nécessaire. Les anions bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate sont séparés par chromatographie en phase liquide par l'application d'une résine échangeuse d'anions comme phase stationnaire et de solutions aqueuses de sels d'acides monobasiques et dibasiques faibles comme éluants pour les techniques d'élution isocratique ou avec gradient (par exemple éluant carbonate, hydrogencarbonate, hydroxyde) (5.10). La détection s'effectue au moyen d'un détecteur de conductivité (CD).

Lorsque des CD sont utilisés, il est indispensable que les éluants montrent une conductivité suffisamment faible. Pour cette raison, des CD sont habituellement associés à un dispositif suppresseur (échangeur de cations) qui réduira la conductivité de l'éluant et transformera les espèces de l'échantillon en leurs acides respectifs.

NOTE Un détecteur UV n'est pas requis pour effectuer cette analyse, mais pourrait être utilisé pour les ions bromure, nitrate ou nitrite, si une sensibilité plus élevée est requise et/ou en cas d'une interférence matricielle avec le détecteur CD. Si un détecteur UV est utilisé, les anions bromure, nitrate et nitrite peuvent être mesurés de $\lambda = 200$ nm à $\lambda = 215$ nm.

Vérifier la résolution, R , afin de s'assurer de sa conformité avec les conditions de séparation requises (6.2). Un détecteur UV peut être utilisé en combinaison avec un détecteur CD. Le détecteur UV mesure directement l'absorption.

Un étalonnage est réalisé comme spécifié dans l'ISO 8466-1 ou l'ISO 8466-2 (8.2). Dans certains cas particuliers, des domaines de travail étendus (par exemple deux décennies de concentration) peuvent être appliqués.

Des essais de contrôle sont nécessaires pour vérifier la validité de la fonction d'étalonnage. Des dosages répétés peuvent être nécessaires. L'utilisation de la technique de l'ajout dosé peut être requise lorsque des interférences matricielles sont attendues (8.3).

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Peser les réactifs avec une précision de $\pm 1\%$ de la masse nominale, sauf indication contraire. Les réactifs énumérés de 5.2 à 5.5 peuvent être considérés comme représentatifs des exemples pour la préparation d'éluants (5.10).

5.1 Eau, de qualité 1, telle que définie dans l'ISO 3696.

5.2 Hydrogénocarbonate de sodium, NaHCO_3 .

5.3 Carbonate de sodium, Na_2CO_3 .

5.4 Hydroxyde de sodium, NaOH .

5.5 Hydroxyde de potassium, KOH .

5.6 Solutions étalons mères d'anions bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate, $\rho = 1\,000$ mg/l chacune.

Des solutions mères constituées d'une seule espèce d'anion et d'un mélange d'anions ayant les spécifications appropriées requises sont disponibles dans le commerce. Ces solutions sont considérées comme étant stables durant plusieurs mois.

Pour une variante de préparation de solutions mères, voir le Tableau 1. Dissoudre les sels en conséquence, après un traitement approprié.

Tableau 1 — Fraction massique et prétraitement des solutions mères

Anion à doser	Sel à utiliser ^a	Masse ISO 10304-1:2007	Prétraitement par séchage à $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ durant au moins
Bromure	NaBr	1,287 7	6 h
Chlorure	NaCl	1,648 4	2 h
Fluorure	NaF	2,210 0	1 h
Nitrate	NaNO_3	1,370 7	24 h
Nitrite	NaNO_2	1,499 8	1 h
Orthophosphate	KH_2PO_4	1,433 0	1 h
Sulfate	Na_2SO_4	1,478 6	1 h

^a D'autres sels ayant les spécifications appropriées requises peuvent être utilisés.

5.7 Solutions étalons d'ions bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate

5.7.1 Généralités

En fonction des concentrations attendues, préparer des solutions étalons simples ou mixtes, des anions bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate à partir de la solution étalon mère (5.6). Conserver les solutions étalons dans des fioles de polyéthène.

5.7.2 Exemple de solution étalon mixte d'anions bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate, $\rho = 10$ mg/l chacune.

Transférer à la pipette 1,0 ml de chacune des solutions étalons mères (5.6) dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1).

Les solutions sont stables pendant 1 semaine si elles sont conservées dans l'obscurité entre 2 °C et 8 °C dans des fioles de polyéthène.

5.8 Solutions d'étalonnage d'ions bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate

En fonction des concentrations attendues dans l'échantillon, utiliser la solution étalon (5.7.2) pour préparer, par exemple, de 5 à 10 solutions d'étalonnage réparties aussi uniformément que possible dans le domaine de travail attendu.

Procéder, par exemple, comme suit dans le domaine allant de 0,05 mg/l à 0,5 mg/l.

Transférer à la pipette, dans une série de fioles jaugées de 20 ml, les volumes suivants: 100 μ l, 200 μ l, 300 μ l, 400 μ l, 500 μ l, 600 μ l, 700 μ l, 800 μ l, 900 μ l ou 1 000 μ l de la solution étalon (5.7.2) et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1).

Les concentrations des anions dans ces solutions d'étalonnage sont les suivantes: 0,05 mg/l, 0,1 mg/l, 0,15 mg/l, 0,2 mg/l, 0,25 mg/l, 0,3 mg/l, 0,35 mg/l, 0,4 mg/l, 0,45 mg/l ou 0,5 mg/l, respectivement.

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

5.9 Solution à blanc

Remplir une fiole jaugée (par exemple de 100 ml) avec de l'eau (5.1).

5.10 Éluants

5.10.1 Généralités

Dégazer la totalité de l'eau utilisée pour la préparation de l'éluant. Afin d'éviter le développement de bactéries ou d'algues, préparer des éluants frais tous les 3 jours.

Le choix des éluants dépend de la colonne et du détecteur choisis (par exemple UV ou de conductivité). Demander conseil auprès du fournisseur de la colonne. La combinaison choisie de la colonne de séparation et de l'éluant doit satisfaire aux exigences de résolution mentionnées en 6.2.

L'exemple de la composition de l'éluant en 5.10.3 se rapporte uniquement à la technique de détection conductimétrique avec supprimeur. Néanmoins, la technique de conductimétrie sans supprimeur (de même que la détection UV) est incluse dans la présente méthode.

Un choix de réactifs pour les éluants courants est donné de 5.2 à 5.5.

NOTE La préparation de l'éluant à partir de concentrats s'est révélée adaptée.

5.10.2 Concentré de carbonate de sodium/d'hydrogénocarbonate de sodium

Pour la préparation du concentré d'éluant:

Placer 28,6 g de carbonate de sodium (5.3) et 8,4 g d'hydrogénocarbonate de sodium (5.2) dans une fiole jaugée de 1 000 ml.

Dissoudre dans de l'eau (5.1) et diluer au volume requis avec de l'eau.

La solution contient 0,27 mol/l de carbonate de sodium et 0,1 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium.

Cette solution est stable durant plusieurs mois si elle est conservée entre 2 °C et 8 °C dans des fioles de verre ou de polyéthène.

5.10.3 Éluant de carbonate de sodium/d'hydrogénocarbonate de sodium

L'éluant suivant est pertinent pour le dosage des anions selon la présente norme.

Transférer à la pipette 20 ml du concentré (5.10.2) dans une fiole jaugée de 2 000 ml et diluer au volume requis avec de l'eau (5.1).

La solution contient 0,002 7 mol/l de carbonate de sodium et 0,001 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium.

6 Appareillage

Appareillage de laboratoire courant et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Système de chromatographie ionique. En général, il est constitué des composants suivants (voir Figure 1).

6.1.1 Réservoir d'éluant, et une unité de dégazage.

6.1.2 Pompe pour HPLC sans partie métallique.

6.1.3 Système d'injection d'échantillons, incorporant une boucle d'échantillonnage de volume approprié (par exemple 0,02 ml) ou un dispositif d'auto-échantillonnage.

6.1.4 Colonne de séparation, ayant la performance de séparation spécifiée (6.2).

6.1.5 Détecteur de conductivité (CD).

6.1.6 Détecteur ultraviolet (UV), par exemple un spectrophotomètre opérant dans la plage de longueur d'onde de 190 nm à 400 nm, utilisé éventuellement avec un détecteur CD ou, en variante, si seuls des ions bromure, nitrate ou nitrite doivent être dosés.

6.1.7 Dispositif d'enregistrement (par exemple un ordinateur personnel équipé d'un logiciel d'acquisition et d'évaluation de données).

6.1.8 Précolonnes, si nécessaire (voir en 3.3 et la Note en 8.3).

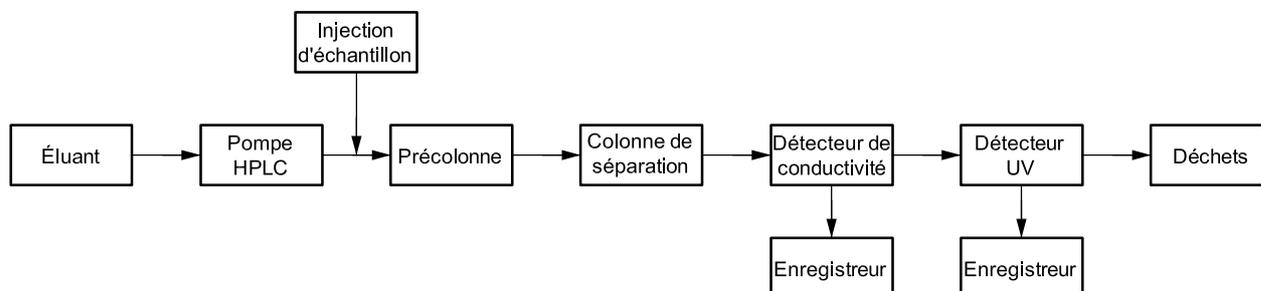


Figure 1 — Système de chromatographie ionique