

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
10304-4

ISO/TC 147/SC 2

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2021-10-12

Vote clos le:
2021-12-07

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

Partie 4: Dosage des ions chlorate, chlorure et chlorite dans des eaux faiblement contaminées

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Water quality — Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions —

<https://standards.iteh.org/catalog/standards/sist/9dcd0421-73c3-4bcb-9083-920dfbae8cc5/iso-fdis-10304-4>
Part 4: Determination of chlorate, chloride and chlorite in water with low contamination

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 10304-4:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 10304-4
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9dcd042a-73c3-4bcb-9083-920dfbae8cc5/iso-fdis-10304-4>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Interférences	2
5 Principe	2
6 Réactifs	3
7 Appareillage	6
8 Exigences de qualité pour la colonne de séparation	7
9 Échantillonnage et pré-traitement des échantillons	9
9.1 Exigences générales	9
9.2 Prétraitement de l'échantillon en cas de niveaux élevés de chlorures et de bromures.....	10
10 Procédure	10
10.1 Étalonnage	10
10.2 Mesurage des échantillons par la méthode d'étalonnage normalisée	11
10.3 Vérification de la validité de la fonction d'étalonnage	11
11 Calcul	12
12 Expression des résultats	12
13 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Données de performance	13
Bibliographie	16

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*, en collaboration avec le Comité européen de normalisation (CEN), comité technique CEN/TC 230, *Analyse de l'eau*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10304-4:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- Introduction: suppression de toutes les exigences relatives à l'application de la méthode et déplacement de toutes les mentions requises dans d'autres articles;
- [Article 2](#): suppression de toutes les références incluses, mais retirées depuis la publication de l'édition de 1997 (par exemple ISO 10304-2). Toutes les références à la série ISO 5667 ont été déplacées dans la Bibliographie;
- [Paragraphe 6.8](#): différentes préparations d'éluants réduites à un seul exemple;
- [Article 8](#): la méthode de calcul de la résolution du pic suivant la définition de l'USP [[Formule 1](#)] a été complétée par la définition de l'EP [[Formule 2](#)]. Les deux calculs sont équivalents;
- [Paragraphe 9.1](#): ajout d'informations précisant que le traitement de désinfection de l'eau potable au moyen de dioxyde de chlore peut entraîner la formation de chlorite et de chlorate (alinéa 2) et de précautions utiles pour réduire au minimum/éliminer cette formation (alinéa 3);
- [Article 11](#): ajout de la possibilité de rendre compte des résultats de concentrations en microgramme par litre.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 10304 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

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

ISO/FDIS 10304-4

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9dcd042a-73c3-4bcb-9083-920dfbae8cc5/iso-fdis-10304-4>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 10304-4

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9dcd042a-73c3-4bc3-9083-920dfbae8cc5/iso-fdis-10304-4>

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

Partie 4:

Dosage des ions chlorate, chlorure et chlorite dans des eaux faiblement contaminées

1 Domaine d'application

Le présent document prescrit une méthode pour le dosage des anions chlorate, chlorure et chlorite dissous dans les eaux faiblement contaminées (par exemple eau destinée à la consommation humaine, eau brute ou eau de piscine).

La diversité des appareillages appropriés et adaptés et des procédures opératoires qui en découlent ne permet qu'une description globale.

Pour plus d'informations sur la technique analytique, se reporter au document de Référence [7].

Un prétraitement approprié de l'échantillon (par exemple dilution) et l'emploi d'un détecteur conductimétrique (CD), d'un détecteur UV (UV) ou d'un détecteur ampérométrique (AD) rendent possible le dosage dans les domaines de travail donnés dans le [Tableau 1](#).

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

Anion	Domaine de travail mg/l ^a	Détection
Chlorate	0,03 à 10	CD
Chlorure	0,1 à 50	CD
Chlorite ^b	0,05 à 1	CD
	0,1 à 1	UV; $\lambda = 207 \text{ nm}$ à 220 nm
	0,01 à 1	AD; de 0,4 V à 1,0 V

^a Le domaine de travail est limité par la capacité d'échange d'ions des colonnes. Si nécessaire, les échantillons peuvent être ajustés à cette gamme par dilution.

^b Le domaine de travail minimal pour l'anion chlorite de 0,05 mg/l a été obtenu à l'aide de contrôles d'étalonnage, mais les essais interlaboratoires (voir [Tableau A.4](#)) ont montré qu'il était difficile d'obtenir cette valeur avec une exactitude suffisante, si ce n'est en prenant le plus grand soin.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 s'applique (y compris les éventuels amendements).

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*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>.

4 Interférences

Les acides organiques, tels que les acides mono- et dicarboxyliques, ou les sous-produits de désinfection (par exemple l'acide chloroacétique) peuvent interférer.

Les composés organiques dissous peuvent réagir avec l'électrode de travail du détecteur ampérométrique, résultant en une chute de la sensibilité.

La présence de fluorures, carbonates, nitrites et nitrates peut entraîner des interférences avec le dosage des chlorates, chlorures et chlorites. Les différentes concentrations données au [Tableau 2](#) sont typiques pour les détecteurs conductimétriques, UV et ampérométriques.

Des teneurs élevées en chlorures et bromures peuvent entraîner des interférences avec le dosage des chlorites et chlorates. Éliminer les chlorures et bromures à l'aide d'échangeurs spécifiques (voir [9.2](#)).

Des particules solides et des composés organiques (tels que des huiles minérales, des détergents et des acides humiques) réduisent la durée de vie de la colonne de séparation. Ils sont donc éliminés de l'échantillon avant de procéder à l'analyse ([Article 9](#)).

Tableau 2 — Sensibilité croisée typique des anions

Rapport des concentrations en masse ^a ion dosé/ion interférent	Méthode de détection
Chlorate/bromure 1:50	CD
Chlorate/nitrate 1:500	CD
Chlorure/fluorure 1:500	CD
Chlorure/chlorite 1:1000	CD
Chlorure/nitrite 1:50	CD
Chlorite/fluorure 1:100	CD
Chlorite/fluorure 1:10	UV
Chlorite/carbonate 1:1000	CD
Chlorite/chlorure 1:1000	CD/UV/ AD
Chlorite/nitrite 1:100	AD

^a Si les exigences de qualité de l'[Article 8](#) (voir par exemple les [Figures 2](#) et [3](#)) ne sont pas vérifiées, l'échantillon doit être dilué.

5 Principe

Séparation des anions chlorate, chlorure et chlorite par chromatographie en phase liquide au moyen d'une colonne de séparation. Utilisation d'un échangeur d'anions de faible capacité comme phase stationnaire et, en général, de solutions aqueuses de sels de mono- ou diacides faibles comme phases mobiles (éluants, [6.8](#)).

La détection est effectuée par détecteurs conductimétriques (CD) avec ou sans système de suppression, par détecteurs UV ou ampérométriques (AD).

Lorsqu'on utilise des détecteurs conductimétriques, il est essentiel que la conductivité des éluants soit suffisamment faible. Pour cette raison, ces détecteurs sont souvent associés à des systèmes de suppression (échangeurs de cations) servant à diminuer la conductivité des éluants et transformer les espèces de l'échantillon en acides correspondants.

La détection UV mesure l'absorption soit directement soit indirectement.

La détection ampérométrique des chlorites est effectuée via le mesurage de l'intensité du courant généré par l'oxydation des chlorites. Le potentiel d'oxydation pour les chlorites dépend du pH de l'éluant. L'utilisation d'électrodes en carbone s'est avérée satisfaisante.

La concentration des anions correspondants est déterminée par un étalonnage de la procédure entière. Des cas particuliers peuvent nécessiter un étalonnage par ajout dosé. Des essais de contrôle sont nécessaires pour vérifier la validité de la fonction d'étalonnage. Des dosages répétés peuvent être nécessaires.

6 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Effectuer les pesées avec une exactitude de l'ordre de 1 % de la masse nominale. Un accroissement de conductivité électrique résultant de la dissolution de dioxyde de carbone ne perturbe pas le dosage. Utiliser et préparer d'autres concentrations ou volumes de solutions, comme décrits ci-dessous, si nécessaire. Il est aussi possible d'utiliser des solutions disponibles dans le commerce répondant aux spécifications requises.

6.1 Eau.

L'eau utilisée doit avoir une résistivité $\geq 18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ (25 °C) et ne doit pas contenir de particules de granulométrie supérieure à 0,45 μm .

6.2 Hydrogénocarbonate de sodium, NaHCO_3 .

6.3 Carbonate de sodium, Na_2CO_3 .

6.4 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

6.5 Chlorite de sodium, NaClO_2 (80 %).

6.6 Chlorure de sodium, NaCl .

6.7 Chlorate de sodium, NaClO_3 .

6.8 Éluants.

Dégazer tous les éluants utilisés. Prendre les mesures nécessaires pour éviter tout nouvel apport d'air durant l'opération (par exemple, par barbotage d'hélium, dégazage en ligne).

Le choix de l'éluant (par exemple, basé sur des solutions de carbonate de sodium ou d'hydroxyde de sodium, sur de l'hydroxyde de potassium, mélangé à des modificateurs organiques, si nécessaire) dépend de la colonne et du détecteur choisi. Demander conseil auprès du fournisseur de la colonne. Utiliser des éluants qui ont été préparés: manuellement, par dilution en ligne ou électrochimiquement *in situ*. La combinaison choisie de la colonne de séparation et de l'éluant doit être conforme aux exigences de résolution spécifiées en 7.1. Utiliser les éluants aussi longtemps qu'ils satisfont à l'exigence de l'[Article 8](#).

Un exemple d'éluant approprié, préparé manuellement, est donné en [6.8.2](#).

6.8.1 Solution concentrée de carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium.

Préparer la solution concentrée d'éluant de la manière suivante:

- placer 19,1 g de carbonate de sodium (6.3) et 14,3 g d'hydrogénocarbonate de sodium (6.2) dans une fiole jaugée d'une capacité nominale de 1 000 ml, dissoudre dans l'eau (6.1) et compléter au volume avec de l'eau (6.1);
- la solution contient 0,18 mol/l de carbonate de sodium et 0,17 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium. Elle reste stable pendant plusieurs mois si elle est conservée entre 2 °C et 6 °C.

6.8.2 Éluant carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium.

L'éluant suivant peut être utilisé pour le dosage des chlorates, chlorures et chlorites:

- dans une fiole jaugée d'une capacité nominale de 5 000 ml, pipeter 50 ml de solution concentrée de carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium (6.8.1) et compléter au volume avec de l'eau (6.1);
- la solution contient 0,0018 mol/l de carbonate de sodium et 0,0017 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium. Conserver cette solution dans un flacon en verre brun et la renouveler tous les 3 jours.

6.9 Solutions mères.

Préparer pour chacun des anions chlorate, chlorure et chlorite une solution mère de concentration $\rho = 1\,000$ mg/l.

Dans des fioles jaugées d'une capacité nominale de 1 000 ml, dissoudre la masse appropriée de chaque substance (6.5, 6.6, 6.7), préparée comme indiqué au Tableau 3 dans environ 800 ml d'eau (6.1, dégazée à l'azote ou à l'hélium), et ajouter 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (6.4). Compléter au volume avec de l'eau (6.1). Les solutions restent stables comme indiqué au Tableau 3.

On peut également utiliser des solutions mères de la concentration voulue disponibles dans le commerce.

Tableau 3 — Composition, prétraitement et suggestions de conservation des solutions mères

Anion	Composé	Concentration dérivée de la proportion de la substance dans le composé g/l	Prétraitement	Stockage
Chlorate	NaClO ₃	1,275 3 ± 0,013	Sécher uniquement dans un dessiccateur	Pendant un mois dans un récipient en verre entre 2 °C et 6 °C
Chlorure	NaCl	1,648 4 ± 0,017	Sécher à 105 °C	Dans un récipient en polyéthylène pendant trois mois entre 2 °C et 6 °C
Chlorite ^a	NaClO ₂	environ 1,7	Sécher uniquement dans un dessiccateur	Pendant une semaine dans un récipient en verre entre 2 °C et 6 °C à l'obscurité

^a La concentration de la solution mère de chlorite doit être déterminée par iodométrie avant emploi (voir l'ISO 10530:1992, [Annexe A](#)).

6.10 Solutions étalons.

Suivant les concentrations attendues, préparer à partir des solutions mères (6.9) des solutions étalons d'anions de compositions et de concentrations différentes. Le risque de changement des concentrations dû à l'interaction avec le matériau de la fiole est d'autant plus élevé que la concentration des anions est faible. Conserver les solutions étalons dans des fioles en polyéthylène. Prendre en considération que le sel de chlorite de sodium peut contenir jusqu'à 20 % de chlorure de sodium. Préparer les solutions étalons de chlorite comme décrit en 6.10.2 pour éviter une contamination par des chlorures, par exemple de la solution mixte étalon (6.10.1).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9dcd042a-73c3-4bcb-9083-1478-610304-4>

6.10.1 Solution mixte étalon de chlorate et de chlorure.

La concentration en masse de cette solution est la suivante:

$$\rho_{\text{ClO}_3^-, \text{Cl}^-} = 10 \text{ mg/l}$$

Pipeter 1 ml de chacune des solutions mères de chlorate et chlorure (6.9) dans une fiole jaugée d'une capacité nominale de 100 ml, ajouter 0,1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (6.4) et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Préparer la solution le jour de l'emploi.

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

6.10.2 Solution étalon de chlorite.

La concentration en masse de cette solution est la suivante:

$$\rho_{\text{ClO}_2^-} = 10 \text{ mg/l}$$

Pipeter 1 ml de la solution mère de chlorite (6.9) dans une fiole jaugée d'une capacité nominale de 100 ml, ajouter 0,1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (6.4) et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Préparer la solution le jour de l'emploi.

Il est possible de préparer d'autres solutions étalons par dilutions de la solution étalon de chlorite.