
**Qualité de l'eau — Détermination du
perchlorate dissous — Méthode par
chromatographie ionique (IC)**

*Water quality — Determination of dissolved perchlorate — Method
using ion chromatography (IC)*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Numéro de référence
ISO 19340:2017(F)

© ISO 2017

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

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	4
8 Exigences de qualité	5
8.1 Performance de la colonne de séparation	5
8.2 Matériaux	7
9 Échantillonnage et pré-traitement des échantillons	7
10 Procédure	7
10.1 Généralités	7
10.2 Étalonnage	7
10.3 Mesure du perchlorate	8
10.4 Contrôle de la validité de la fonction d'étalonnage	8
11 Calculs	8
12 Expression des résultats	8
13 Rapport d'essai	8
Annexe A (normative) Élimination des sulfates, chlorures, hydrogénocarbonates, carbonates et métaux dissous	10
Annexe B (normative) Détermination du perchlorate par élimination en ligne de la matrice et analyse par ré-injection	16
Annexe C (informative) Détermination du perchlorate par élimination en ligne de la matrice et concentration par chromatographie ionique bidimensionnelle (2DIC)	20
Annexe D (informative) Données de performance	25
Bibliographie	28

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/avant-propos.

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*.

Qualité de l'eau — Détermination du perchlorate dissous — Méthode par chromatographie ionique (IC)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'élaborer des méthodes de sécurité et d'hygiène appropriées, et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais effectués conformément au présent document soient réalisés par du personnel ayant reçu une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination du perchlorate dissous dans l'eau (par exemple, dans l'eau potable, l'eau minérale, l'eau brute, l'eau de surface, l'eau partiellement traitée ou l'eau de piscine, les eaux usées des stations de traitement d'eau potable/d'eau de piscine).

Un pré-traitement approprié de l'échantillon (par exemple, l'élimination de la matrice) permet une détermination directe du perchlorate $\geq 1 \mu\text{g/l}$.

Le domaine d'analyse est limité par la capacité d'échange d'ions de la colonne de séparation. Une dilution de l'échantillon pour rester dans le domaine d'analyse peut s'avérer nécessaire.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractéristiques 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 caractéristiques de performance — Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré*

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:

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

4 Interférences

Le perchlorate est connu pour être sensible à la dégradation microbiologique due à des bactéries anaérobies, en l'absence de nitrates (Références [5] et [6])

Toute substance ayant un temps de rétention coïncidant avec le perchlorate et générant une réponse du détecteur peut interférer. La co-élution peut être résolue en changeant de colonnes de séparation, de force d'élution (par exemple, gradient d'élution), en modifiant l'éluant par des solvants organiques ou en éliminant sélectivement l'interférence par un pré-traitement de l'échantillon.

Des concentrations élevées de chlorure, sulfate, nitrate, orthophosphate, hydrogénocarbonate et carbonate peuvent interférer dans la détermination du perchlorate (co-élution) ou avoir un impact sur le temps de rétention ou la forme des pics (déformation), ou la récupération du perchlorate. Cet effet peut être vérifié, pour chaque matrice, par la technique de l'ajout dosé et il convient que le pourcentage de récupération du perchlorate soit compris entre 85 % et 115 %. Ces risques peuvent être réduits en filtrant l'échantillon avec un filtre à membrane de 0,2 µm sur le site de prélèvement (voir [Article 9](#)). Les interférences peuvent être réduites par dilution de l'échantillon, ou à l'aide d'échangeurs de cations spécifiques (voir [7.2](#) et [Article 9](#)), ou résolues par l'application de techniques avancées dites de « heart cut » ou bien par technique de ré-injection en ligne (voir [Annexes A, B et C](#)).

Les métaux, tels que le fer ou l'aluminium, présents dans les échantillons et l'éluant se lieront à la résine de la colonne de séparation ou au suppresseur, entraînant une perte de performance. Les ions métalliques peuvent être éliminés à l'aide d'échangeurs de cations spécifiques (voir [Annexe A](#) et [Article 9](#)).

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 précolonne et de la colonne de séparation (voir [Article 9](#)).

5 Principe

La présente méthode requiert l'utilisation de colonnes de séparation de grande capacité qui permettent l'injection de volumes d'échantillon, par exemple, jusqu'à 4 ml.

Si nécessaire, l'échantillon est pré-traité afin d'éliminer les anions, métaux, matières organiques et solides (voir [Article 9](#)).

La mesure du perchlorate est effectuée avec ou sans élimination de la matrice et avec ou sans pré-concentration (voir [10.3](#) et [Annexes A, B et C](#)).

Le perchlorate est séparé par chromatographie ionique (IC). La détection s'effectue par conductivité (CD) avec suppresseur.

Comme phase stationnaire, une résine échangeuse d'anions est utilisée. Des solutions aqueuses de sels d'acides monobasiques et dibasiques sont utilisées comme éluants pour les techniques d'élution isocratique ou par gradient, par exemple: éluant carbonate, hydrogénocarbonate, hydroxyde et solvant organique tel que l'acétone ou l'acétonitrile ([6.3](#)).

La résolution, *R*, doit être vérifiée afin de s'assurer de sa conformité avec les conditions de séparation requises ([8.1](#)).

La concentration de perchlorate est déterminée après un étalonnage conformément à l'ISO 8466-1 ou l'ISO 8466-2.

Des essais de contrôle sont nécessaires pour vérifier la validité de la fonction d'étalonnage. Des dosages répétés peuvent être nécessaires. Il est possible d'appliquer la technique de l'ajout dosé si des interférences provenant de la matrice sont attendues.

6 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique, exempts de composés contenant du perchlorate. Peser les réactifs avec une exactitude de $\pm 1\%$ de la masse nominale, sauf indication contraire. Préparer d'autres concentrations ou volumes de solutions, comme décrit aux paragraphes 6.3 à 6.5, si nécessaire. À défaut, utiliser des solutions disponibles dans le commerce aux concentrations requises.

6.1 Eau, ISO 3696, qualité 1 d'une résistivité $\geq 18,2 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ (25 °C).

6.2 Perchlorate de sodium, NaClO_4 , $> 99\%$.

6.3 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 un solvant organique, si nécessaire) dépend de la colonne et du détecteur choisi. Demander conseil auprès du fournisseur de la colonne. Appliquer les éluants qui ont été préparés: manuellement, électrochimiquement in situ ou par dilution en ligne. La combinaison choisie de la colonne de séparation et de l'éluant doit être conforme aux exigences de résolution spécifiées en 8.1. Utiliser les éluants aussi longtemps qu'ils satisfont aux exigences de l'Article 8 et du paragraphe 10.3.

Un exemple d'éluant approprié, préparé manuellement, est donné en 6.3.2.

6.3.1 Solution d'hydroxyde de sodium, $w(\text{NaOH}) = 50\%$.

6.3.2 Éluant d'hydroxyde de sodium, $\rho(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 4 g de solution d'hydroxyde de sodium (6.3.1) dans environ 900 ml d'eau (6.1), dans une fiole jaugée de 1 000 ml, et diluer au volume avec de l'eau (6.1). Mélanger et dégazer, par exemple par barbotage de l'hélium pendant environ 10 min. Conserver l'éluant dans un réservoir en polyéthylène ou en verre, sous une atmosphère inerte d'hélium, afin de limiter au maximum la contamination par les carbonates. Préparer l'éluant le jour de l'utilisation.

NOTE Les solutions d'hydroxyde de sodium préparées manuellement peuvent être sensibles à la contamination par les carbonates, du fait de l'adsorption du dioxyde de carbone contenu dans l'atmosphère. Cette contamination peut entraîner la modification des temps de rétention du perchlorate, l'augmentation de la conductivité résiduelle de l'instrument et l'augmentation du bruit de fond/dérive de la ligne de base.

6.4 Solution étalon de perchlorate.

En fonction des concentrations attendues, préparer les solutions étalons suivantes de différentes concentrations de perchlorate, à partir de la solution mère (6.4.1). Noter le risque éventuel de changements de concentration causés par l'interaction avec le matériau du récipient, risque qui augmentera avec la diminution de la concentration de perchlorate. Conserver les solutions étalons dans des flacons en polyéthylène ou en verre.

6.4.1 Solution mère de perchlorate, $\rho(\text{ClO}_4^-) = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Sécher environ 1,5 g de perchlorate de sodium (6.2) à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ pendant 2 h. Dissoudre $(1,231 \pm 0,001) \text{ g}$ du perchlorate de sodium séché dans environ 800 ml d'eau (6.1), dans une fiole jaugée de 1 000 ml, et diluer au volume avec de l'eau (6.1).

Conserver la solution à une température comprise entre 2°C et 8°C , dans des flacons en polyéthylène ou en verre. La solution est stable pendant 12 mois.

6.4.2 Solution étalon de perchlorate I, $\rho(\text{ClO}_4^-) = 100 \text{ mg/l}$.

Transférer à la pipette 10,0 ml de solution mère de perchlorate de sodium (6.4.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer au volume avec de l'eau (6.1).

Conserver la solution à une température comprise entre 2 °C et 8 °C, dans des flacons en polyéthylène ou en verre. La solution est stable pendant 6 mois.

6.4.3 Solution étalon de perchlorate II, $\rho(\text{ClO}_4^-) = 1 \text{ mg/l}$.

Transférer à la pipette 1,0 ml de solution étalon I (6.4.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer au volume avec de l'eau (6.1).

Conserver la solution à une température comprise entre 2 °C et 8 °C, dans des flacons en polyéthylène ou en verre. La solution est stable pendant 3 mois.

6.5 Solutions de perchlorate pour étalonnage

En fonction de la concentration de perchlorate attendue dans l'échantillon, utiliser les solutions étalons de perchlorate I ou II (6.4.2 ou 6.4.3) pour préparer 5 à 10 solutions d'étalonnage réparties aussi uniformément que possible dans le domaine d'analyse attendu.

Procéder, par exemple, comme suit dans le domaine allant de 1 µg/l à 5,5 µg/l de perchlorate. Transférer à la pipette, dans une série de fioles jaugées de 100 ml, les volumes décrits au Tableau 1.

Tableau 1 — Exemple pour la préparation de solutions d'étalonnage

Volume de solution étalon II (selon 6.4.3)	100 µl	150 µl	200 µl	250 µl	300 µl	350 µl	400 µl	450 µl	500 µl	550 µl
$\rho(\text{ClO}_4^-)$ (µg/l)	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5	5,5

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

6.6 Solution à blanc

Remplir une fiole jaugée (par exemple, de 100 ml) avec de l'eau (6.1).

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, le suivant.

7.1 Système de chromatographie ionique, conforme aux exigences de qualité formulées à l'Article 8, par exemple: résolution. En général, il doit être constitué des composants suivants (voir Figure 1).

7.1.1 Colonne de séparation, ayant la performance de séparation spécifiée (8.1).

7.1.2 Précolonne, si nécessaire (voir Article 4).

NOTE L'utilisation d'une précolonne est avantageuse non seulement pour les analyses des eaux fortement chargées en produits organiques (voir Article 4), mais elle sert également à protéger la colonne de séparation. En général, deux types différents de précolonnes sont disponibles: celles contenant un matériau de résine identique ou similaire à celui de la colonne de séparation et celles remplies d'une résine sans groupe fonctionnel.

7.1.3 Détecteur de conductivité (CD), avec dispositif de suppression.

7.1.4 Réservoir d'éluant, avec unité de dégazage.

7.1.5 Pompe IC, convenant aux techniques d'élution isocratique ou par gradient, respectivement.

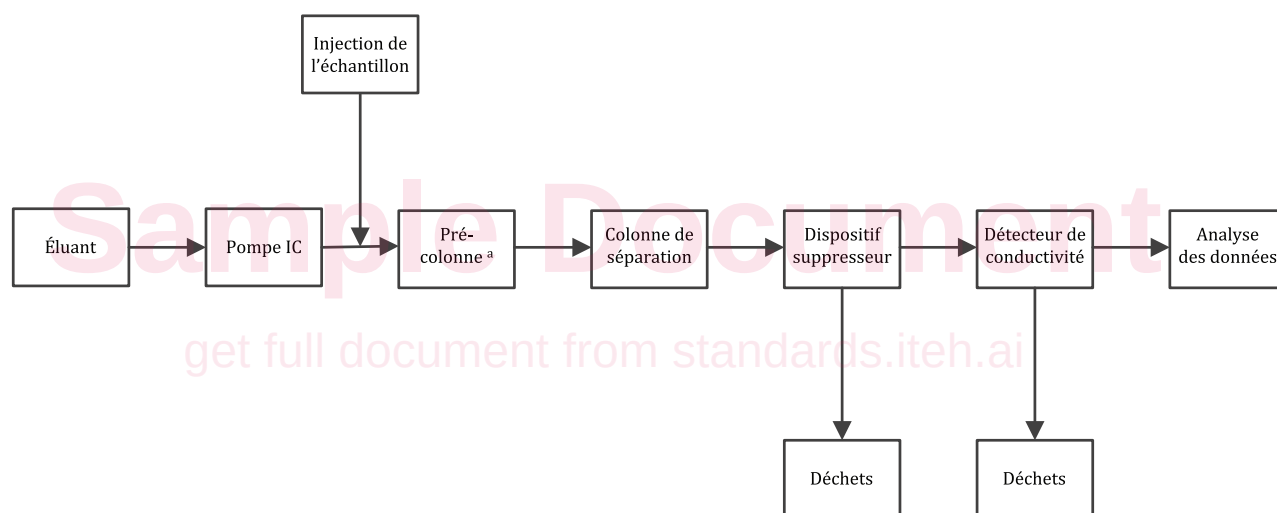
7.1.6 Dispositif distributeur d'échantillons, par exemple, pompe d'échantillonnage comportant un système d'injection d'échantillon avec une boucle d'échantillonnage de volume approprié (par exemple, 1 ml à 4 ml) ou un dispositif d'auto-échantillonnage.

7.1.7 Dispositif d'enregistrement (par exemple, ordinateur personnel équipé d'un logiciel d'acquisition et d'analyse des données de chromatographie).

7.2 Cartouches d'extraction en phase solide (SPE).

7.2.1 Échangeur de cations sous forme Na, facultatif: colonne pour élimination en ligne des métaux.

7.2.2 Cartouches, à phases non polaires pour la préparation des échantillons (par exemple, polyvinylpyrrolidone, RP C18).



^a Facultatif

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

8 Exigences de qualité

8.1 Performance de la colonne de séparation

Dans les chromatogrammes d'échantillons et de solutions étalons, la résolution de pic R , entre l'anion d'intérêt et son pic le plus proche, ne doit pas descendre en dessous de 1,3 [voir [Formule \(1\)](#) et [Figure 2](#)]. Les conditions de séparation doivent être telles que des anions pouvant éventuellement interférer n'interféreront pas avec l'anion d'intérêt.

Si R ne respecte pas le critère $\geq 1,3$ ou que le perchlorate élué en donnant un épaulement (voir [Figure A.1](#)) du fait de concentrations plus importantes d'ions de la matrice (par exemple, chlorure, sulfate, nitrate et carbonate), alors, si nécessaire:

- diluer l'échantillon,
- changer de colonnes de séparation,