

Méthode d'analyse

MA. 303 – ClO_4 1.1

2026-08-03 (révision 5)

**Détermination du perchlorate dans l'eau :
dosage par chromatographie ionique
avec détecteur conductimétrique**

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements
climatiques, de la Faune et des Parcs
675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2026
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-555-04557-6 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2026

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	2
4. Prélèvement et conservation	2
5. Matériel et appareillage	2
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	4
7.1 Préparation du matériel	4
7.2 Préparation de l'échantillon	4
7.3 Dosage	5
8. Calcul et expression des résultats	5
9. Critères d'acceptabilité	6
10. Bibliographie	6

Introduction

Le perchlorate (ClO_4^-) est un anion qui peut se trouver dans l'environnement et dont la provenance est soit humaine soit naturelle. Il est habituellement sous forme de sel très soluble, associé avec l'ammonium (NH_4^+), le potassium (K^+) ou le sodium (Na^+), le perchlorate d'ammonium étant la forme la plus fréquemment trouvée. Le perchlorate est très stable dans l'eau et peut donc persister longtemps.

Les sels de perchlorate sont principalement utilisés dans l'industrie militaire et aéronautique comme carburant à fusée ou à missile. Ils peuvent aussi être utilisés dans le domaine de la pyrotechnie et des explosifs, de même que dans les huiles et les fertilisants.

1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 303 s'applique à la détermination du perchlorate dans l'eau potable, les eaux de surface et les eaux souterraines. Le domaine d'application est de 0 à 25 µg/l et peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées.

2. Principe et théorie

Un échantillon d'eau est injecté et entraîné par une solution d'éluant dans une colonne chromatographique (échange d'anions). Les anions présents dans l'échantillon sont séparés en fonction de leur affinité relative pour le matériel de la colonne. Ils sont identifiés à partir de leur temps de rétention et dosés à l'aide d'un détecteur conductimétrique. La conductivité mesurée est proportionnelle à la concentration de l'anion dans l'échantillon.

3. Interférence

Des interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les solvants, les réactifs et la verrerie. Tous les solvants, réactifs et appareils utilisés sont vérifiés par l'analyse d'un blanc de méthode qui subit les mêmes étapes qu'un échantillon réel.

Les échantillons qui contiennent une forte concentration d'anions tels des chlorures, des sulfates ou des carbonates peuvent rendre l'analyse problématique en déstabilisant la ligne de base ou en changeant le temps de rétention du perchlorate.

4. Prélèvement et conservation

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique. Aucun agent de préservation n'est nécessaire. Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne devrait pas excéder 28 jours.

5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1. Chromatographe ionique de marque Metrohm, modèle 930 Compact IC Flex
- 5.2. Détecteur de conductivité de marque Metrohm
- 5.3. Passeur d'échantillon de marque Metrohm, modèle 858 Professional Sample Processor
- 5.4. Colonne de marque Metrohm (ASupp 7, 250/4)
- 5.5. Précolonne de marque Metrohm (RP2)
- 5.6. Logiciel MagICnet de Metrohm

6. Réactifs et étalons

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau déionisée ultrapure. Les masses sont pesées exactement.

À moins d'indication contraire, les solutions peuvent être conservées à la température de la pièce.

6.1. Carbonate de sodium, Na_2CO_3 (CAS n° 497-19-8)

6.2. Acétonitrile (grade HPLC), CH_3CN (CAS n° 75-05-8)

6.3. Acide nitrique, HNO_3 (CAS n° 7697-37-2)

6.4. Perchlorate de potassium, KClO_4 (CAS n° 7778-74-7), solution de 1 000 mg/l

(Conserver la solution à 4 °C)

6.5. Chlorure de baryum, BaCl_2 (CAS n° 10326-27-9)

6.6. Solution de chlorure de baryum de 7 g/l

Dans une fiole jaugée de 250 ml contenant environ 100 ml d'eau, dissoudre 1,75 g de BaCl_2 . Compléter à 250 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.7. Solution régénératrice (100 mmol/l HNO_3 + 10 % acétonitrile)

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, verser 6,25 ml d'acide nitrique concentrée et ajouter 100 ml d'acétonitrile. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.8. Solution rinçage supprimeur (10 % acétonitrile)

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, verser 100 ml d'acétonitrile. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.9. Éluant (10 mmol/l Na_2CO_3 + 40 % acétonitrile)

Dans une fiole jaugée de 2 000 ml contenant environ 400 ml d'eau, dissoudre 2,120 g de carbonate de sodium. Ajouter 800 ml d'acétonitrile. Compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve une semaine.

6.10. Solution étalon mère de perchlorate de 1 00 µg/l ClO₄⁻

Dans une fiole volumétrique, diluer 0,1 ml de perchlorate 1 000 mg/l dans environ 80 ml d'eau. Compléter le volume à 100 ml.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.11. Solutions étalons de perchlorate de 0,5, 1,0, 3,0, 5,0, 10,0, 20,0 et 25,0 µg/l

Dans des fioles volumétriques de 100 ml, préparer les solutions étalons filles de perchlorate suivantes dans environ 80 ml d'eau et compléter au volume final selon le tableau qui suit.

Solution étalon (µg/l)	Volume de solution étalon mère (µl)
0,5	50
1,0	100
3,0	300
5,0	500
10,0	1 000
20,0	2 000
25,0	2 500

Ces solutions se conservent une semaine.

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1 Préparation du matériel

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse.

7.2 Préparation de l'échantillon

Ajouter 200 µl de la solution de chlorure de baryum à environ 8 ml d'échantillon directement dans les tubes de dosage. Des volumes supérieurs peuvent être ajoutés en fonction de l'interférence en sulfates.

7.3 Dosage

- Démarrer l'instrument en mode manuel.
- Mettre le débit de la pompe à 0,2 ml/min.
- Démarrer le chauffage de la colonne à 45 °C.
- En suivant l'augmentation de la température de la colonne, augmenter graduellement le débit de la pompe de 0,2 à 0,7 ml/min.
- Choisissez la méthode perchlorate trace. Les paramètres de la méthode doivent être les suivants :
 - Boucle d'échantillonnage : 500 µl
 - Débit de l'éluant : 0,7 ml/min
 - Température colonne : 45 °C
- Lorsque la température et le débit sont atteints, appuyer sur Start HW pour démarrer le système.
- Commencer chaque séquence avec deux tubes d'éluant suivis par un minimum de deux blancs. Ceci permet de nettoyer la section de l'échantillon à la sortie de la boucle d'injection.
- Par la suite, placer les étalons, le blanc, les contrôles de qualité et les échantillons dans l'échantillonneur automatique et entrer la séquence sur une feuille de travail à l'aide du logiciel MagICnet.
- Appuyer sur « Start » pour démarrer la séquence.

8. Calcul et expression des résultats

Les résultats sont obtenus directement du logiciel MagICnet et sont exprimés en microgramme par litre (µg/l) par une régression linéaire. L'aire obtenue des standards est directement comparée à celle des échantillons pour calculer la concentration de ces derniers. Au besoin, réintégrer les données en suivant le programme du logiciel. Le cas échéant, multiplier par le facteur de dilution.

9. Critères d'acceptabilité

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts types.
Duplicata et réplikat	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplikat) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 20 %.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de détection.
Ajouts dosés	Le pourcentage de récupération, lorsque des ajouts dosés sont faits, doit être entre 80 % et 120 %.
Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur à 0,995.

Le chimiste peut valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

10. Bibliographie

NOTE – Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01. http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC. http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf.

METROHM-PEAK – ION CHROMATOGRAPHY. *Ultratrace-level perchlorate in reagent water, ground water, surface water, and water containing 3000 ppm of total dissolved solids (TDS) using confirmation column and suppressed conductivity detection (USEPA method 314.0)*, IC Application Work AW US6-0130-022008.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). *Method 314 – Determination of perchlorate in drinking water using ion chromatography*, États-Unis, 1999.



**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 