



Quantification des ions dans la glace, l'eau et les particules d'air par chromatographie ionique système Dionex Integrion

Rhabira ELAZZOUZI

Ingénieur d'études IRD, Plateau AirOsol

*Journée Extraction Quantification Isotopie NH_4^+ NO_3^-
12 mars 2026*





Analyse des ions en IC à IGE

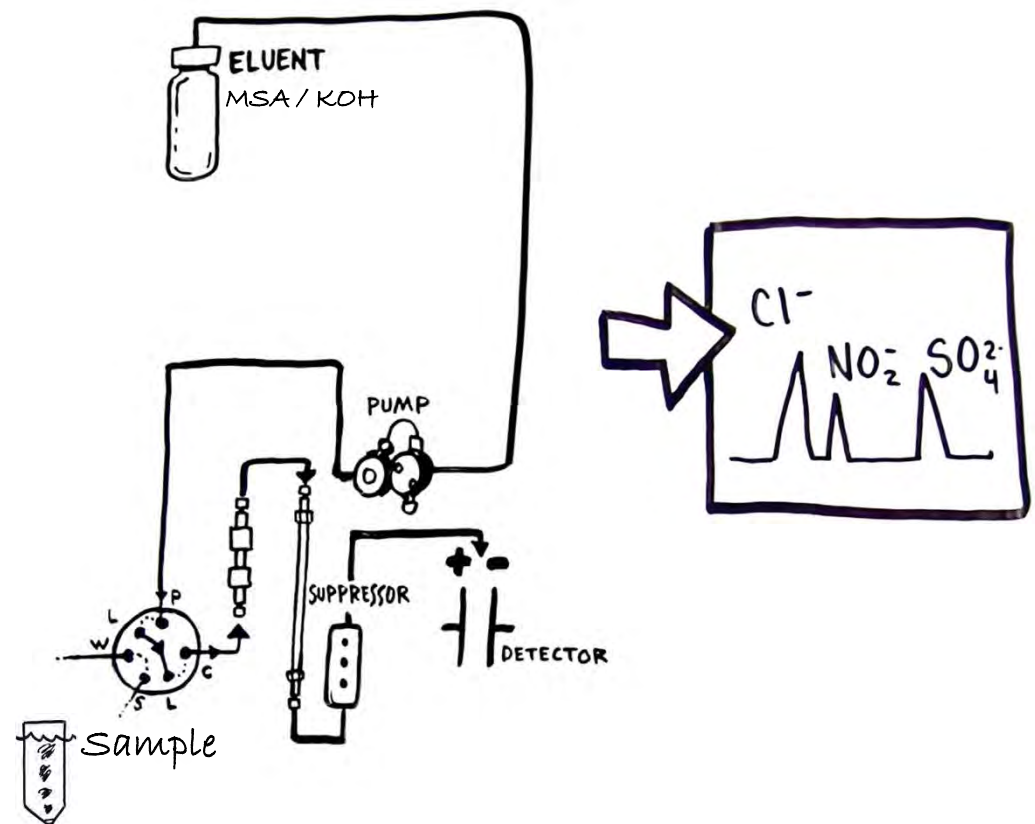
- Méthode développée au début des années 1990 et régulièrement mise à jour avec les nouvelles générations d'appareils.
- 3 Appareils utilisés dans le cadre de projets de recherche à l'IGE (2 ICMS et 1 IC polaire) pour la caractérisation des espèces solubles (ions majeurs, ions mineurs et acides organiques).
- Applicable à plusieurs domaines(Qualité de l'air, Eau, Carottes de glace, ...).





Principe de la chromatographie ionique

- ❑ Technique analytique utilisée pour séparer et quantifier des ions dans une solution.
- ❑ Séparation dans une colonne avec une résine échangeuse d'ions.
- ❑ Elués à des temps de rétention différents.
- ❑ Détecteur conductimétrique avec suppresseur pour la détection.
- ❑ La concentration est déterminée à l'aide d'une **courbe d'étalonnage**.





Instrumentations



Échantillonneur automatique
Dionex™ AS-AP



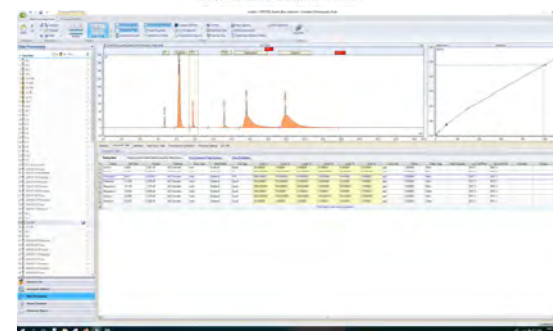
Passeur jusqu'à 120 positions
Echantillons conservés à 5°C



2 Systèmes Dionex™
Integrion™ HPIC™



Anions et cations



Logiciel pour système de données
chromatographiques (CDS)
Chromeleon™



Consommables



- **Solutions mono-élément**



- **Acide méthanesulfonique (MSA)**
≥99.0%, liquid



- **Suppresseur**



- **Cartouches de générateur d'éluant ECG hydroxyde, Dionex™**



- **Pre-colonne et colonne de chromatographie**



Méthode d'analyse des ions dans les PM

Préparation des échantillons:

- Extraction aqueuses des PM par agitation mecanique :



- Filtration de l'extrait aqueux avec un filtre seringue 0,22 μm



- Dilution de l'extrait en fonction du site de prélèvements et mise en vials :





Méthode d'analyse des ions dans les PM

Conditions chromatographiques et paramètres instrumentaux:

Paramètre	Anions (NO_3^-)	Cations (NH_4^+)
Gamme	15–5000 ppb	15–5000 ppb
Colonne	AS11HC-4 μm	CS16-4 μm
Suppresseur	AERS – 2 mm	CERS – 2 mm
Éluant	KOH + Eau	MSA
Mode d'élution	Gradient	Isocratique
Concentration éluant	1–16-48 mM	32.5 mM
Débit	0.38 mL/min	0.16 mL/min
Température détecteur	35 °C	45 °C
Température colonne	30 °C	40 °C
Temps d'acquisition	37 min	35 min
Volume d'injection	100 μL	100 μL



Chromatogrammes typiques NO_3^-

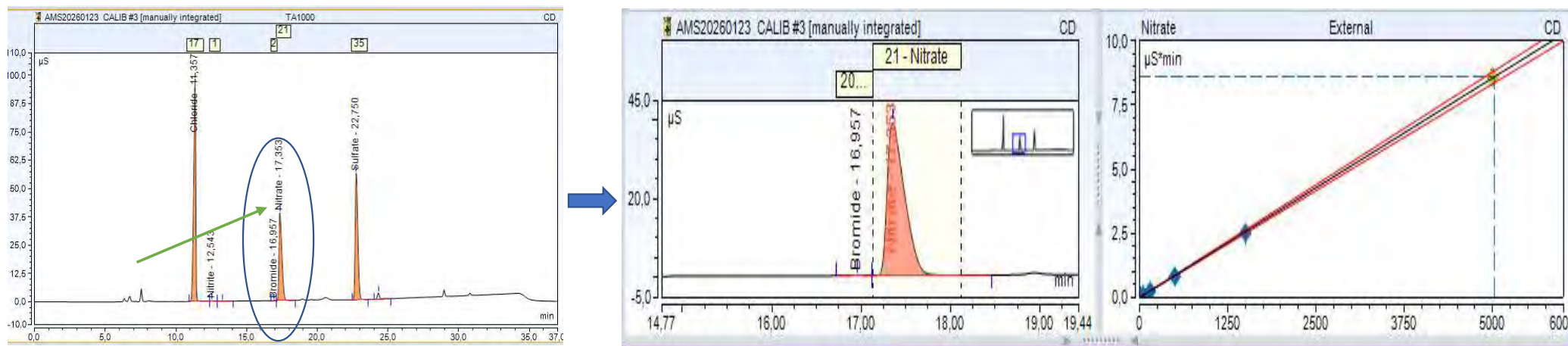


Figure 1 : STD 1000 Anions

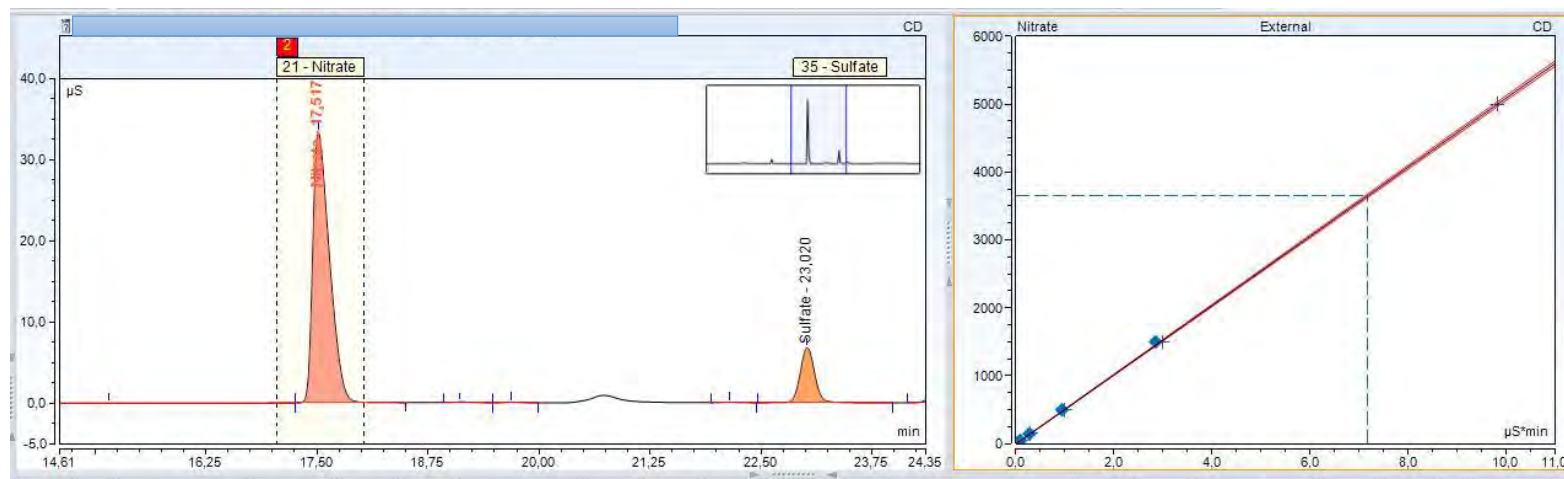


Figure 2 : PM Sample Anions



Chromatogrammes typiques NH_4^+

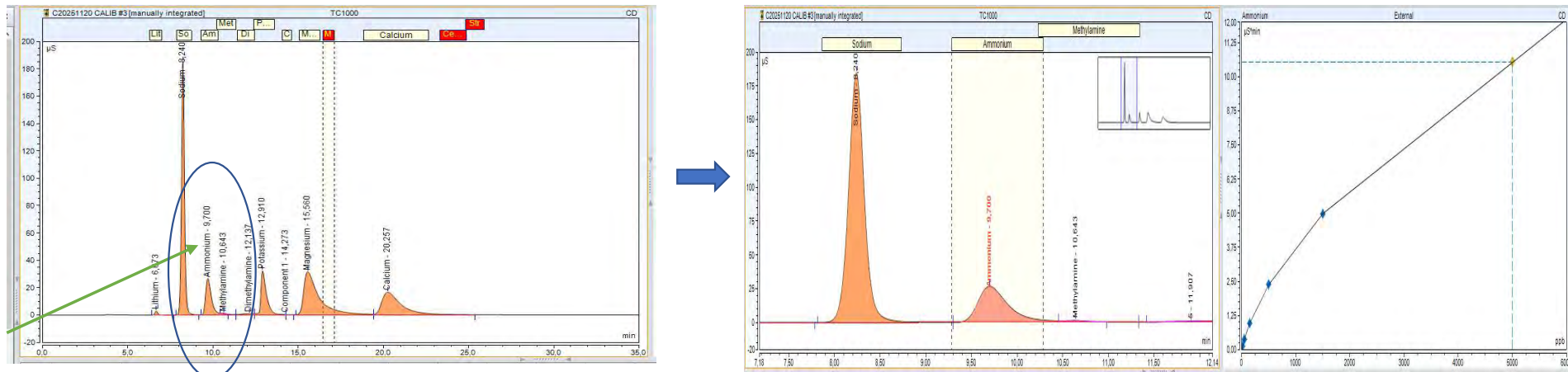


Figure 3 : STD 1000 cations

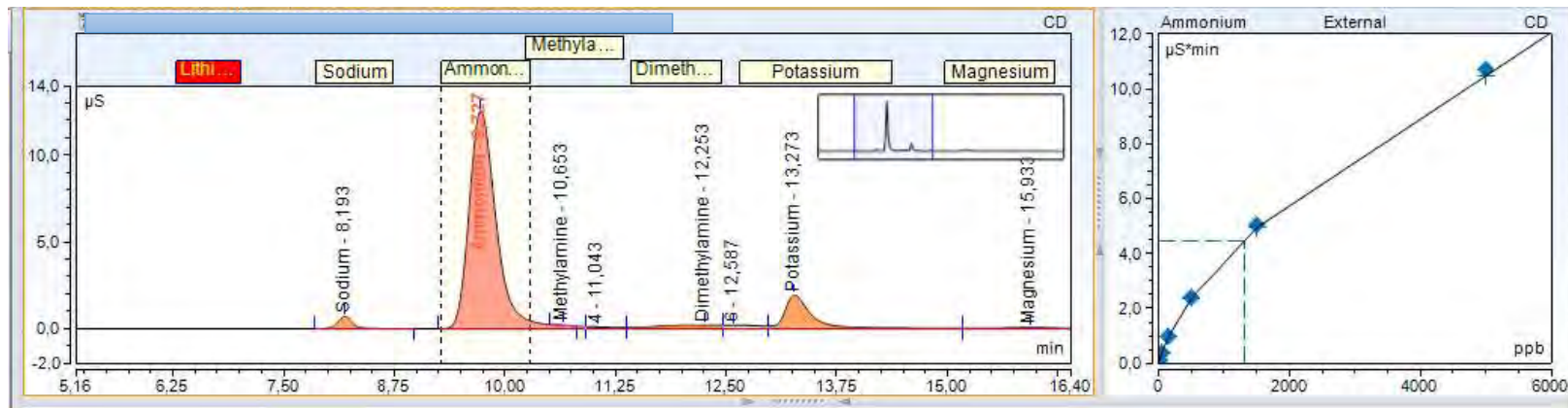


Figure 4 : Echantillons PM cations



Application à l'analyse dans l'eau

Préparation des échantillons:

Eau dilué 1/10 après une filtration sur un filtre seringue de 0,22µm

Conditions chromatographiques et paramètres instrumentaux:

La méthode utilisée est la même que pour les PM,
Sauf pour le NH_4^+ , pour lequel la plage de concentration est de 0,75 à 500ppb au lieu de 15 à 5000ppb pour les PM.

Chromatogrammes d'une eau analysés en IC:

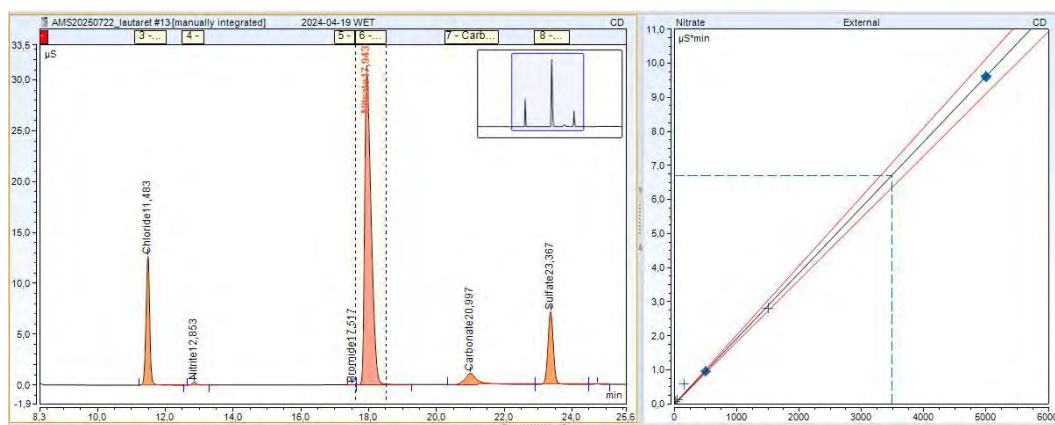


Figure 5 : Echantillon Eau Anions

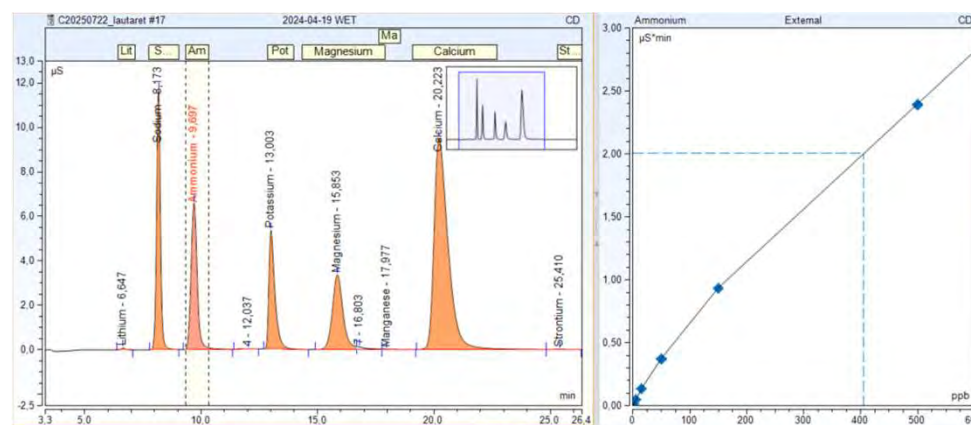


Figure 6 : Echantillon Eau cations



Application aux carottes de glaces

Préparation des échantillons:

Les échantillons de glace sont préparés en les faisant fondre pour récupérer l'extrait, puis mis en vials pour les dosages ioniques.

Conditions chromatographiques et paramètres instrumentaux

Paramètre	NO_3^-	NH_4^+
Concentration	1,5-500 ppb	0,75-200 ppb
Suppresseur	ADRS 2 mm	NGES 2 mm
Éluant / Solvant	KOH	MSA
Gradient	Gradient	Isocratique
Débit	0,38 mL/min	0,3 mL/min
Concentration de l'éluant	12-26 mM	10 mM
Température détecteur	35 °C	35 °C
Température colonne	30 °C	30 °C
Temps d'acquisition	12 min	12 min
Volume d'injection	100 μL	100 μL





Application aux carottes de glaces

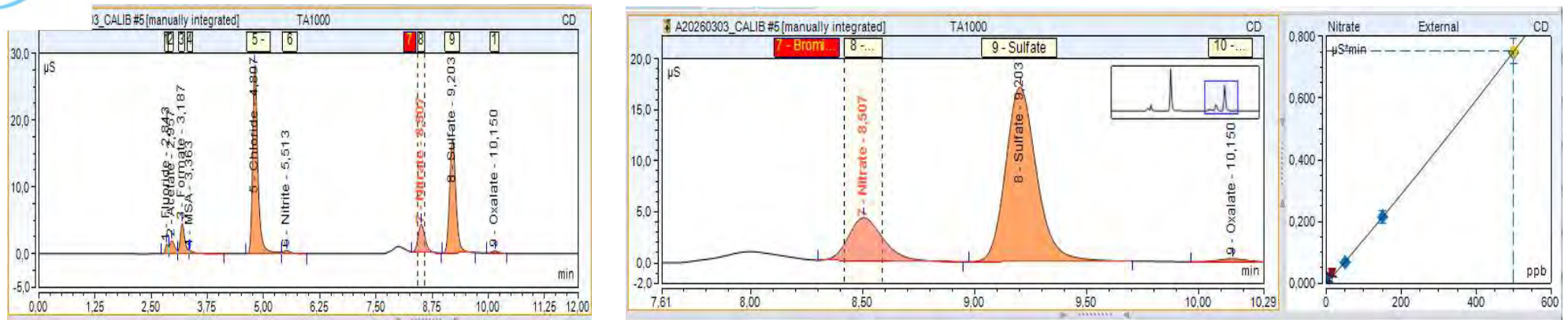


Figure 8 : Ice STD 1000 Anions

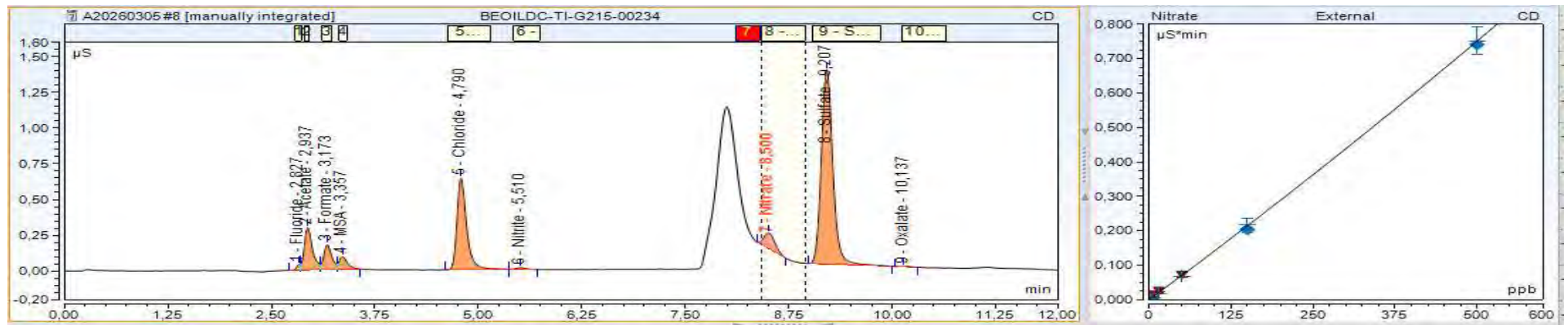


Figure 9 : Ice Sample Anions



Application aux carottes de glaces

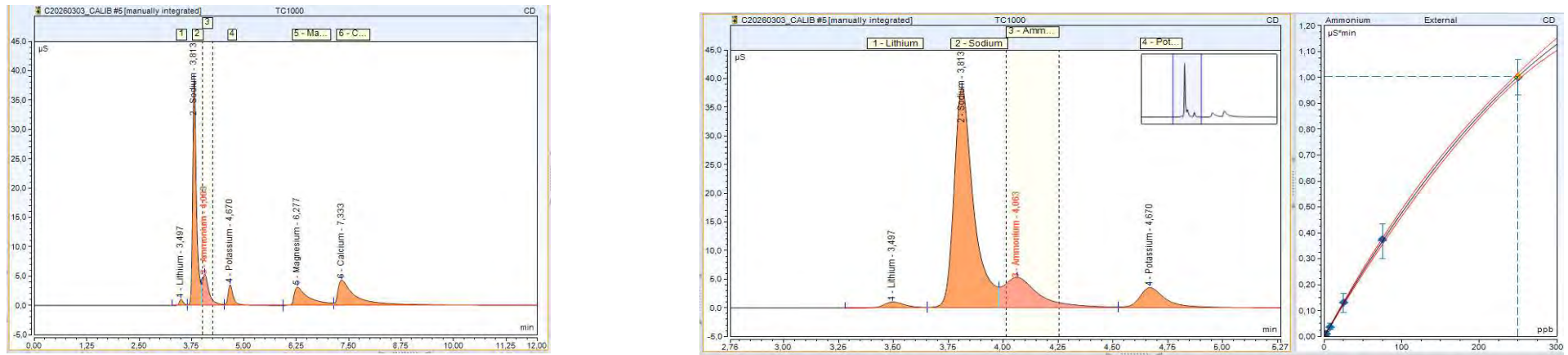


Figure 10 : Ice STD 1000 Cations

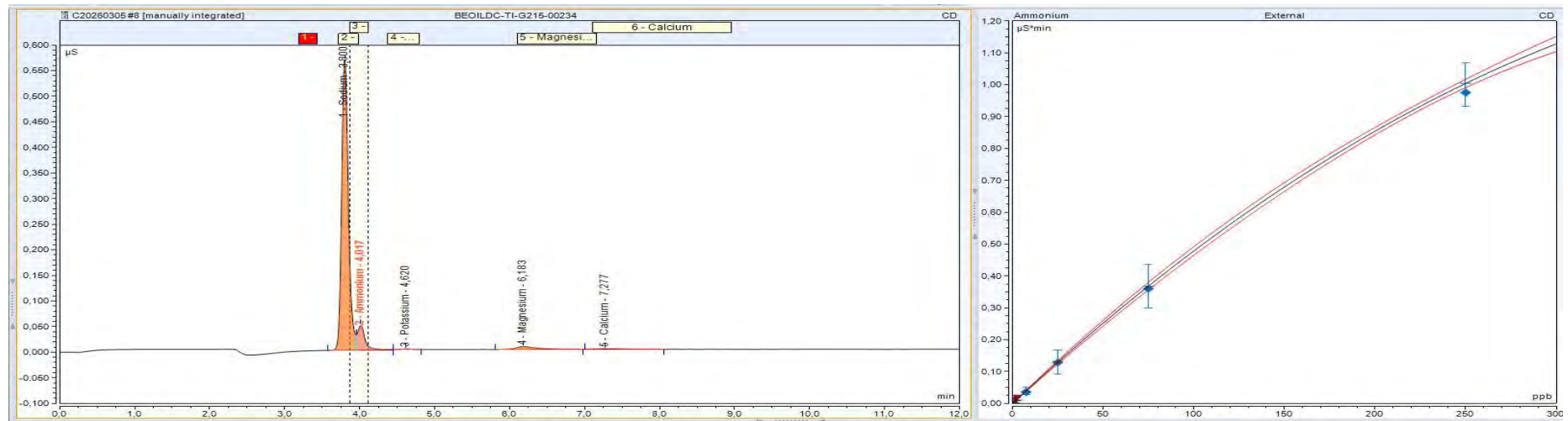


Figure 11 : Ice sample Cations



Performance analytiques des méthodes

Limite de quantification :

La limite de détection (LD) n'ayant pas été déterminée expérimentalement, la limite de quantification (LQ) est définie comme le plus faible point de la gamme d'étalonnage.

- **LQ NH_4^+ : 0,75 ppb.**
- **LQ NO_3^- : 1,5 ppb.**

Contrôles qualités:

- Suivi des **aires de pics dans un fichier dédié** pour vérifier la stabilité analytique au cours du temps.
- Injection de **CTL et de blancs tous les 20 échantillons** pour s'assurer du **bon fonctionnement de l'analyse** :
 - Absence de contamination
 - Vérifier la justesse de la méthode et détecter une **dérive de l'instrument pendant la séquence**



Conclusions

- La méthode de chromatographie ionique employée permet la **détection fiable** des ions NH_4^+ et NO_3^- dans les échantillons analysés.
- Dans les **PM**, les pics de NH_4^+ et NO_3^- sont **bien résolus** et **ne présentent pas d'interférences significatives** avec les autres ions.
- Dans les **échantillons d'eau et de glace**, des **interférences avec d'autres ions (notamment le sodium)** peuvent apparaître et compliquer l'interprétation surtout à de très faibles concentrations.