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

iTeh STANDARD PREVIEW

Partie 2:

**(Dosage des ions bromure, chlorure, nitrate,
nitrite, orthophosphate et sulfate dans les
eaux usées)**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/22eef529-8718-4fac-a905-964e1876dce9/iso-10304-2-1995>

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

*Part 2: Determination of bromide, chloride, nitrate, nitrite, orthophosphate
and sulfate in waste water*

INCUBIVE

ISO



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 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.

La Norme internationale ISO 10304-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

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 2: Dosage des ions bromure, chlorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate dans les eaux usées*
- *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*

Le titre de l'ISO 10304-1:1992 est *Qualité de l'eau — Dosage des ions fluorure, chlorure, nitrite, orthophosphate, bromure, nitrate et sulfate dissous, par chromatographie des ions en phase liquide — Partie 1: Méthode applicable pour les eaux faiblement contaminées*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 10304 est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1995

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

Les exigences minimales essentielles d'un système de chromatographie ionique entrant dans le domaine d'application de la présente partie de l'ISO 10304, sont les suivantes:

Pouvoir de résolution

La résolution, R , ne devra pas être inférieure à 1,3 (pour l'anion à déterminer et la résolution, voir article 6 et figure 3).

Méthode de détection

a) Mesure de la conductivité électrique avec ou sans réacteur post-colonne.

b) Évaluation photométrique (UV/VIS) directe ou indirecte.

Domaine d'application de la méthode

Gamme de travail conforme au tableau 1.

Évaluation

Étalonnage et détermination de la gamme de travail linéaire. Utilisation de la méthode des ajouts dosés pour certains cas d'application (voir article 9).

Contrôle de qualité de la méthode analytique

Contrôle régulier et constant de la validité de la fonction d'étalonnage (voir 8.3). Déterminations par essais en double.

La diversité des ensembles appropriés et des étapes de procédure qui en dépendent (par exemple, la composition des phases mobiles) ne permettent qu'une description globale.

D'autres informations sur la technique analytique sont données dans l'ISO 10304-1.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10304-2:1995
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/22eef529-8718-4fac-a905-964e1876dce9/iso-10304-2-1995>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10304-2:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/22eef529-8718-4fac-a905-964e1876dce9/iso-10304-2-1995>

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

Partie 2:

Dosage des ions bromure, chlorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate dans les eaux usées

1 Domaine d'application

1.1 Généralités

La présente partie de l'ISO 10304 prescrit une méthode de dosage des ions bromure, chlorure, nitrate, nitrite, orthophosphate et sulfate, dans les eaux usées.

Les gammes de travail indiquées au tableau 1 peuvent être obtenues en effectuant un traitement préalable approprié de l'échantillon (par exemple dilution) et en utilisant soit un détecteur conductimétrique (DC) soit un détecteur UV.

1.2 Interférences

1.2.1 Les acides organiques, tel que l'acide mono- ou dicarbonique peuvent perturber le dosage des anions inorganiques.

1.2.2 Dans un éluant tamponné (par exemple, carbonate/hydrogénocarbonate), le dosage n'est pas influencé par le pH de l'échantillon si celui-ci est compris entre 2 et 9.

1.2.3 L'existence de différences de concentration importantes entre les anions Br^- , Cl^- , NO_3^- , NO_2^- , PO_4^{3-} , et SO_4^{2-} peut entraîner un phénomène de sensibilité croisée, à des interférences typiques, due à une séparation insuffisante. Les concentrations respectives indiquées au tableau 2 sont typiques d'une

application avec détecteur conductimétrique ou détecteur UV: aucune interférence n'a été observée avec un volume d'échantillon de 50 μl . Les données fournies ne sont valables que lorsque les exigences de qualité spécifiées pour chaque colonne sont satisfaites (voir article 6). Les concentrations élevées en fluorure peuvent interférer sur le dosage des chlorures.

Tableau 1 — Gammes de travail de la méthode analytique

Anion	Gamme de travail mg/l	Détection (détection UV directe)
Bromure (Br^-)	0,05 à 20	CD ou UV (200 nm à 215 nm)
Chlorure (Cl^-)	0,1 à 50	CD
Nitrate (NO_3^-)	0,1 à 50	CD ou UV (200 nm à 215 nm)
Nitrite (NO_2^-)	0,05 à 20	CD ou UV (200 nm à 215 nm)
Orthophosphate (PO_4^{3-})	0,1 à 20	CD
Sulfate (SO_4^{2-})	0,1 à 100	CD

NOTE — La gamme de travail est limitée par la capacité d'échange des colonnes.

Tableau 2 — Sensibilité croisée typique pour la détection des anions

[Détection conductimétrique (DC) et détection directe UV]

Rapport des concentrations en masse ion dosé/ion interférent		Concentration maximale admissible de l'ion interférent ¹⁾ mg/l	
Br ⁻ /Cl ⁻	1:500	Cl ⁻	500
Br ⁻ /PO ₄ ³⁻	1:100	PO ₄ ³⁻	100
Br ⁻ /NO ₃ ⁻	1:50	NO ₃ ⁻	100
Br ⁻ /SO ₄ ²⁻	1:500	SO ₄ ²⁻	500
Br ⁻ /SO ₃ ²⁻	1:50 ²⁾		
Cl ⁻ /NO ₂ ⁻	1:50	NO ₂ ⁻	5
Cl ⁻ /NO ₃ ⁻	1:500	NO ₃ ⁻	500
Cl ⁻ /SO ₄ ²⁻	1:500	SO ₄ ²⁻	500
NO ₃ ⁻ /Br ⁻	1:100	Br ⁻	100
NO ₃ ⁻ /Cl ⁻	1:500 (CD) 1:2 000 (UV)	Cl ⁻	500 500
NO ₃ ⁻ /SO ₄ ²⁻	1:500 (CD) 1:1 000 (UV)	SO ₄ ²⁻	500 500
NO ₃ ⁻ /SO ₃ ²⁻	1:50 ²⁾		
NO ₂ ⁻ /Cl ⁻	1:250 (CD) 1:10 000 (UV)	Cl ⁻ (CD) Cl ⁻ (UV)	100 500
NO ₂ ⁻ /PO ₄ ³⁻	1:50	PO ₄ ³⁻	20
NO ₂ ⁻ /NO ₃ ⁻	1:500	NO ₃ ⁻	500
NO ₂ ⁻ /SO ₄ ²⁻	1:500 (CD) 1:1 000 (UV)	SO ₄ ²⁻	500 500
PO ₄ ³⁻ /Br ⁻	1:100	Br ⁻	100
PO ₄ ³⁻ /Cl ⁻	1:500	Cl ⁻	500
PO ₄ ³⁻ /NO ₃ ⁻	1:500	NO ₃ ⁻	400
PO ₄ ³⁻ /NO ₂ ⁻	1:100	NO ₂ ⁻	100
PO ₄ ³⁻ /SO ₄ ²⁻	1:500	SO ₄ ²⁻	500
PO ₄ ³⁻ /SO ₃ ²⁻	1:50 ²⁾		
SO ₄ ²⁻ /Cl ⁻	1:500	Cl ⁻	500
SO ₄ ²⁻ /NO ₃ ⁻	1:500	NO ₃ ⁻	400
SO ₄ ²⁻ /SO ₃ ²⁻	1:50 ²⁾		
SO ₄ ²⁻ /S ₂ O ₃ ²⁻	1:500		
SO ₄ ²⁻ /I ⁻	1:500		

1) Diluer l'échantillon lorsque la concentration interférente est dépassée.

2) Lorsqu'il est présent, l'ion SO₃²⁻ interfère toujours.

1.2.4 Le dosage du sulfate peut être sujet à des interférences en présence de concentrations élevées en ion iodure ou thiosulfate.

Rapports: SO₄²⁻/I⁻ ou SO₄²⁻/S₂O₃²⁻ ou I⁻/S₂O₃²⁻ = 1: > 500

La sensibilité croisée avec d'autres anions, tels que Br⁻, Cl⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, PO₄³⁻ et SO₄²⁻ peut spécialement se produire en présence d'ion sulfite, dont la rétention dépend fortement de la sélectivité de la colonne de séparation utilisée. Les anions inorganiques comme le fluoroborate ou le chlorite peuvent interférer sur le dosage des anions inorganiques.

NOTE 1 L'identification de certains anions (par exemple, nitrite) ou la détection d'interférences (par exemple, les acides gras) peut être facilitée par l'emploi d'un détecteur conductimétrique et d'un détecteur UV placés en série.

Les combinaisons d'anions (par exemple Cl⁻/I⁻) dont la liste n'est pas indiquée au tableau 2 n'interfèrent pas dans le domaine d'application spécifié.

Les particules solides et les composés organiques (tels que les huiles minérales, les détergents et les acides humiques) raccourcissent la durée de vie de la colonne de séparation et doivent donc être éliminés avant le début de l'analyse (voir article 7).

Les ions sulfure peuvent provoquer des erreurs lors du dosage des sulfates; ils doivent être éliminés conformément à l'article 7.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 10304. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 10304 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.*

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.*

ISO 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

ISO 8466-1:1990, *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 10304-1:1992, *Qualité de l'eau — Dosage des ions fluorure, chlorure, nitrite, orthophosphate, bromure, nitrate et sulfate dissous, par chromatographie des ions en phase liquide — Partie 1: Méthode applicable pour les eaux faiblement contaminées.*

3 Principe

Séparation des ions par chromatographie en phase liquide sur colonne. Utilisation d'un échangeur d'anions comme phase stationnaire et, en général, de solutions aqueuses de sels de mono- ou diacides faibles comme phase mobile (éluants, voir 4.17). Les détecteurs conductimétriques et les détecteurs UV sont utilisés dans le champ d'application de la présente partie de l'ISO 10304. Dans le cas des détecteurs conductimétriques, les éluants doivent avoir une conductivité suffisamment faible. Pour cette raison, les détecteurs conductimétriques sont souvent combinés à des réacteurs post-colonne (échangeurs de cations) qui diminuent la conductivité des éluants et transforment les espèces de l'échantillon en acide correspondant.

Le détecteur UV mesure soit directement l'absorbance (voir tableau 1) soit, dans le cas des anions transparents dans le spectre UV, la diminution d'absorbance de fond causée par un éluant absorbant les UV (mesure indirecte). Dans le cas de détection UV indirecte, la longueur d'onde de mesure dépend de la composition de l'éluant.

La concentration respective des anions est déterminée à l'aide d'un étalonnage sur toute la procédure. Certains cas particuliers peuvent exiger de réaliser cet étalonnage au moyen des ajouts dosés.

Si l'on n'utilise pas de réacteur post-colonne, la conductivité de l'éluant doit être aussi faible que possible.

NOTE 2 Les différentes références concernant cette technique d'analyse sont récapitulées dans l'annexe A de l'ISO 10304-1:1992.

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Effectuer les pesées avec une précision de 1 % de la masse nominale. L'eau doit avoir une con-

ductivité électrique inférieure à 0,01 mS/m et ne doit pas contenir de particules de diamètre supérieur à 0,45 µm. L'accroissement de conductivité électrique résultant de la dissolution de dioxyde de carbone ne perturbe pas le dosage.

- 4.1 **Hydrogénocarbonate de sodium** (NaHCO₃).
- 4.2 **Carbonate de sodium** (Na₂CO₃).
- 4.3 **Hydrogénophthalate de potassium** (C₈H₅O₄K).
- 4.4 **Tétraborate de sodium** (Na₂B₄O₇·10H₂O).
- 4.5 **Acide gluconique**, $w(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_7) = 50 \%$ (V/V), solution aqueuse.
- 4.6 **Méthanol** (CH₃OH).
- 4.7 **Hydroxyde de lithium** (LiOH).
- 4.8 **Glycérol** (C₃H₈O₃).
- 4.9 **Acétonitrile** (CH₃CN).
- 4.10 **Hydroxyde de potassium** (KOH).
- 4.11 **Bromure de sodium** (NaBr).
- 4.12 **Chlorure de sodium** (NaCl).
- 4.13 **Nitrate de sodium** (NaNO₃).
- 4.14 **Nitrite de sodium** (NaNO₂).
- 4.15 **Hydrogénophosphate de potassium** (KH₂PO₄).
- 4.16 **Sulfate de sodium** (Na₂SO₄).
- 4.17 **Éluants**

Le choix entre les différents éluants dépend de la colonne de séparation et du détecteur. Pour la composition exacte de l'éluant correspondant à un problème particulier, il y aura donc lieu de se référer aux instructions du fabricant de colonne. La composition de la phase mobile suggérée comme appropriée en 4.17.1 et dans les deux derniers paragraphes de 4.17.2.2 y est fournie en tant que ligne directrice. Le choix des réactifs pour les éluants ordinaires est donné en 4.1 à 4.10.

Dégazer les éluants ou encore préparer les éluants à partir d'eau dégazée. Veiller à empêcher toute redissolution ultérieure de gaz (par exemple, par superpo-

sition d'hélium). Pour éviter la prolifération de bactéries ou d'algues, conserver l'éluant à l'obscurité et le renouveler tous les 2 ou 3 jours.

4.17.1 Exemples d'éluants pour chromatographie ionique avec réaction post-colonne

Pour la chromatographie ionique avec réaction post-colonne, utiliser de l'hydroxyde de sodium et des solutions salines d'acides faiblement dissociés, par exemple carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium, hydrogénocarbonate de sodium, et tétraborate de sodium.

4.17.1.1 Solution concentrée d'éluant carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium

L'addition de solution concentrée d'éluant à l'échantillon s'est révélée utile pour le prétraitement de l'échantillon et pour la préparation de l'éluant (voir 4.17.1.2).

Placer dans une fiole jaugée de capacité nominale 1 000 ml, 25,4 g de carbonate de sodium (4.2) et 25,5 g d'hydrogénocarbonate de sodium (4.1), dissoudre dans l'eau (voir premier paragraphe de cet article) et compléter au volume avec de l'eau.

La solution contient 0,24 mol/l de carbonate de sodium et 0,3 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium. Elle reste stable pendant plusieurs mois si elle est conservée entre 4 °C et 6 °C.

4.17.1.2 Éluant carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium

L'éluant suivant donne des résultats satisfaisant pour le dosage simultané des ions bromure, chlorure, nitrite, orthophosphate et sulfate.

Placer 50 ml de solution concentrée (4.17.1.1) dans une fiole jaugée de capacité nominale 5 000 ml; compléter au volume avec de l'eau (voir premier paragraphe de cet article).

La solution contient 0,002 4 mol/l de carbonate de sodium et 0,003 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium.

4.17.2 Éluants pour chromatographie ionique sans réaction post-colonne

Pour la chromatographie ionique sans réaction post-colonne, utiliser des solutions salines, par exemple d'hydrogénophthalate de potassium, de *p*-hydroxybenzoate, de borate/gluconate de sodium, ou de benzoate de sodium. Ces solutions peuvent contenir différents additifs, par exemple des alcools. La

concentration des sels est généralement comprise entre 0,000 5 mol/l et 0,01 mol/l. Les solutions concentrées et l'éluant sont préparées comme décrit en 4.17.2.1.1 et 4.17.2.1.2. Il y a lieu de noter que les solutions concentrées alcalines des sels précités, ne sont pas stables. Ajuster le pH de l'éluant après dilution du concentré.

4.17.2.1 Phases mobiles pour échangeur d'anions sur gel de silice

Pour la chromatographie ionique utilisant des colonnes échangeuses d'anions sur base de gel de silice, employer exclusivement des éluants dont le pH est compris entre 1,5 et 6,5.

4.17.2.1.1 Solution concentrée d'éluant à l'hydrogénophthalate de potassium

L'addition de solution concentrée d'éluant à l'échantillon s'est révélée utile pour le prétraitement des échantillons et pour la préparation de l'éluant (4.17.2.1.2).

Placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 20,5 g d'hydrogénophthalate de potassium (4.3), dissoudre dans de l'eau et compléter au volume avec de l'eau.

La solution contient 0,1 mol/l d'hydrogénophthalate de potassium et reste stable pendant une longue période si elle est conservée entre 4 °C et 6 °C.

4.17.2.1.2 Éluant hydrogénophthalate de potassium

L'éluant suivant donne des résultats satisfaisants pour le dosage simultané des ions chlorure, nitrite, orthophosphate et sulfate.

Placer dans une fiole jaugée de 5 000 ml, 100 ml de solution concentrée (4.17.2.1.1). Ajouter 500 ml de méthanol (4.6), diluer avec de l'eau (voir premier paragraphe de cet article) et ajuster le pH à 5 avec de l'hydroxyde de potassium (4.10). Compléter au volume avec de l'eau.

La solution contient 0,002 mol/l d'hydrogénophthalate de potassium et 10 % (V/V) de méthanol.

4.17.2.2 Éluants pour échangeur d'anions sur base de polymères

Les éluants acides et les éluants basiques, peuvent être utilisés pour la chromatographie ionique avec échangeur d'anions sur base de polymères.

En milieu acide, utiliser par exemple des solutions contenant de l'hydrogénophthalate de potassium; en

milieu basique, utiliser des solutions contenant du *p*-hydroxybenzoate ou du borate/gluconate de sodium.

L'éluant borate/gluconate de sodium donne des résultats satisfaisants pour le dosage simultané des ions chlorure, nitrite, orthophosphate et sulfate. Il est préparé de la manière suivante.

Placer dans une fiole jaugée de 5 000 ml, 0,85 g de tétraborate de sodium (4.4) et 0,22 g d'hydroxyde de lithium (4.7). Ajouter 0,6 ml d'acide gluconique (4.5), 3,1 ml de glycérol (4.8) et 600 ml d'acétonitrile (4.9). Compléter au volume avec de l'eau.

4.18 Solutions mères étalons

Préparer pour chacun des anions: bromure, chlorure, nitrate, nitrite, orthophosphate, et sulfate, une solution mère étalon de concentration ρ égale à 1 000 mg/l.

Dans des fioles jaugées de 1 000 ml, placer la quantité de substance spécifiée au tableau 3. Dissoudre dans une petite quantité d'eau et compléter au volume avec de l'eau. Les solutions restent stables pendant plusieurs mois si elles sont conservées entre 4 °C et 6 °C.

On peut également utiliser des solutions du commerce de concentration voulue.

NOTE 3 L'ion nitrite est facilement oxydé en nitrate, il faut donc prendre des précautions pour assurer la stabilité de sa concentration.

Tableau 3 — Composition et prétraitement des solutions mères

Anion	Substance	Masse de la portion de substance g	Prétraitement par séchage ¹⁾	
			Durée h	Température °C
Bromure	NaBr	1,287 7	6	105
Chlorure	NaCl	1,648 4	2	105
Nitrate	NaNO ₃	1,370 7	24	105
Nitrite	NaNO ₂	1,499 8	1	105
orthophosphate	KH ₂ PO ₄	1,433 0	1	105
Sulfate	Na ₂ SO ₄	1,479 0	1	105

1) Après le séchage, laisser refroidir les substances dans un dessiccateur hermétique.

4.19 Solutions étalons mixtes

4.19.1 Solution étalon mixte I

Les concentrations en masse de cette solution sont les suivantes:

$$\rho(\text{Br}^-, \text{NO}_2^-, \text{PO}_4^{3-}) = 10 \text{ mg/l}$$

$$\rho(\text{Cl}^-, \text{NO}_3^-, \text{SO}_4^{2-}) = 100 \text{ mg/l}$$

Prélever à la pipette les volumes des solutions étalons indiqués au tableau 4 et les placer dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau.

Conserver ces solutions dans des bouteilles en plastique. La solution reste stable pendant une semaine si elle est conservée entre 4 °C et 6 °C.

4.19.2 Solution étalon mixte II

Les concentrations en masse de cette solution sont les suivantes:

$$\rho(\text{Br}^-, \text{NO}_2^-, \text{PO}_4^{3-}) = 1 \text{ mg/l}$$

$$\rho(\text{Cl}^-, \text{NO}_3^-, \text{SO}_4^{2-}) = 10 \text{ mg/l}$$

Prélever à la pipette 10 ml de la solution étalon mixte I (4.19.1) et les placer dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau.

Conserver ces solutions dans des flacons en polyéthylène.

La solution ne reste stable que pendant 2 jours, même si elle est conservée entre 4 °C et 6 °C.

Tableau 4 — Volumes des solutions mères pour la préparation de la solution étalon mixte I

Anion	Solution mère ml	Concentration de l'anion mg/l
Br ⁻	1	10
Cl ⁻	10	100
NO ₃ ⁻	10	100
NO ₂ ⁻	1	10
PO ₄ ³⁻	1	10
SO ₄ ²⁻	10	100

4.19.3 Solution étalon mixte III

Les concentrations en masse de cette solution sont les suivantes:

$$\rho(\text{Br}^-, \text{NO}_2^-, \text{PO}_4^{3-}) = 0,1 \text{ mg/l}$$

$$\rho(\text{Cl}^-, \text{NO}_3^-, \text{SO}_4^{2-}) = 1,0 \text{ mg/l}$$

Prélever à la pipette 1 ml de la solution étalon mixte I (4.19.1) et le placer dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau.

Si possible conserver ces solutions dans des flacons en polytétrafluoroéthylène/hexafluoropropylène (FEP) ou dans des flacons en polyéthylène haute densité (PE-HD).

La solution n'est pas stable. Elle doit être préparée le jour de son utilisation.

4.20 Solutions d'étalonnage (anions)

Suivant la concentration présumée d'anions, utiliser les solutions étalons mères (4.18) ou les solutions étalons mixtes I, II ou III (4.19.1 à 4.19.3), pour préparer 5 à 10 solutions d'étalonnage couvrant, de façon aussi équidistante que possible, l'étendue de dosage présumée.

Par exemple, procéder de la façon suivante pour des concentrations comprises entre 0,1 mg/l et 10 mg/l pour les anions Br^- , NO_2^- , PO_4^{3-} , et entre 1 mg/l et 10 mg/l pour les anions Cl^- , NO_3^- et SO_4^{2-} . Prélever à la pipette dans une série de fioles jaugées de 100 ml des volumes de 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 6 ml, 7 ml, 8 ml, 9 ml et 10 ml, de la solution étalon mixte I (voir 4.19.1); compléter au volume avec de l'eau et ajouter 1 ml de solution concentrée d'éluant (voir 4.17) dans chaque fiole.

L'addition de 1 ml d'éluant concentré (4.17.1.1 et 4.17.2.1.1) diminue la concentration des anions dans la solution d'étalonnage. Cet écart est compensé par le fait que tous les échantillons sont traités de la même façon.

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

Les concentrations de ces solutions d'étalonnage sont indiquées au tableau 5.

4.21 Solution d'essai à blanc

Remplir d'eau une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 1 ml d'éluant concentré (par exemple, 4.17.1.1 ou 4.17.2.1.1).

Tableau 5 — Concentration des solutions d'étalonnage

Anion	Concentration des solutions d'étalonnage mg/l
Br^- NO_2^- PO_4^{3-}	Étendue de dosage 0,1 mg/l à 1,0 mg/l 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0
	0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0
	0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0
Cl^- NO_3^- SO_4^{2-}	Étendue de dosage 1,0 mg/l à 10,0 mg/l 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10
	1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10
	1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Système de chromatographie ionique, satisfaisant aux critères de qualité définis à l'article 6. En général, ce système doit comporter les éléments suivants (voir figure 1).

5.1.1 Chromatographe à échange d'ions, comprenant les éléments suivants:

- réservoir d'éluant;
- pompe de caractéristiques CLHP (par exemple pour chromatographie des ions à haute performance);
- dispositif d'injection de l'échantillon (par exemple, boucle d'échantillon de 50 μl);
- précolonne (voir 7.2);
- colonne de séparation satisfaisant aux critères de performance spécifiés (voir article 6);
- détecteur conductimétrique (avec ou sans réacteur post-colonne) et/ou détecteur UV;
- dispositif d'enregistrement (par exemple, intégrateur avec table traçante et imprimante).

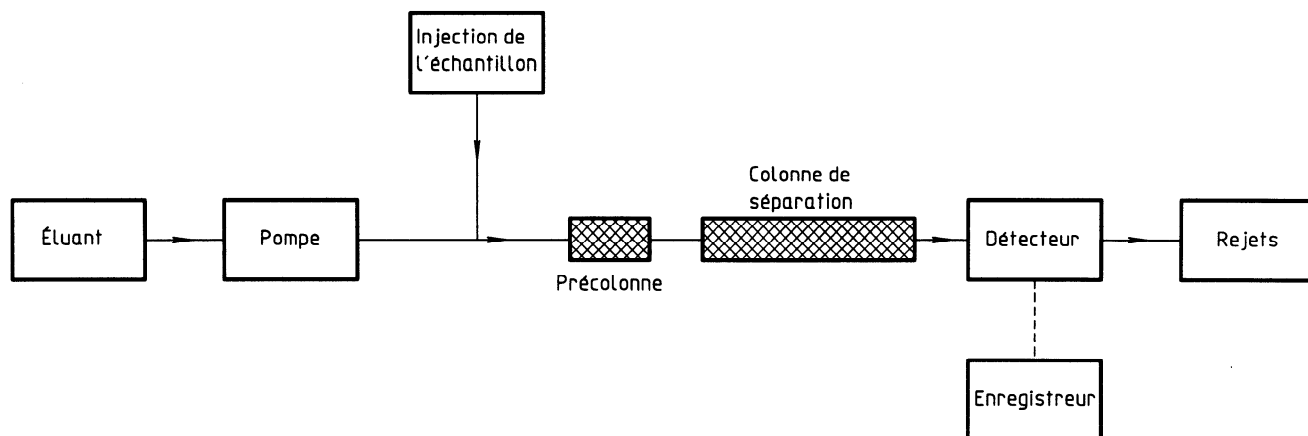


Figure 1 — Schéma d'un système de chromatographie ionique

5.2 Matériel complémentaire

- étuve;
- dessiccateur;
- fioles jaugées de capacité nominale égale à 100 ml, 1 000 ml et 5 000 ml;
- fioles jaugées en plastique, de capacité nominale égale à 100 ml, à utiliser pour les faibles concentrations (par exemple, inférieure à 0,1 mg/l);
- pipettes graduées, de capacité nominale allant de 1 ml à 10 ml, ou seringues microlitres;
- appareil de filtration sur membrane avec membrane de porosité 0,45 µm;
- colonnes ou cartouches d'extraction en phase solide, à phase stationnaire apolaire pour prétraitement d'échantillon (par exemple, RP C 18 ou polyvinylpyrrolidone).

6 Critères de qualité de la colonne de séparation

La colonne de séparation constitue l'élément le plus important du système chromatographique. Son pouvoir de séparation dépend de différents facteurs opé-

ratoires, tels que le contenu de la colonne et le type d'éluant utilisé.

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 10304, n'utiliser que des colonnes assurant au niveau de concentration de 1 mg/l la séparation des pics jusqu'à la ligne de base pour chacun des six anions injectés (Br^- , Cl^- , NO_3^- , NO_2^- , PO_4^{3-} et SO_4^{2-}), (voir figure 2). Si l'on ne veut doser que certains des anions de la figure 2, cette prescription s'applique seulement à ces anions. La résolution R ne doit donc pas être inférieure à 1,3 [voir équation (1) et figure 3].

Calculer la résolution R pour la paire de pics 2,1 à l'aide de l'équation

$$R_{2,1} = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_1 + W_2} \quad \dots (1)$$

où

t_{R1} est le temps de rétention du premier pic, en secondes;

t_{R2} est le temps de rétention du second pic, en secondes;

W_1 est la largeur à la base du premier pic, en secondes;

W_2 est la largeur à la base du second pic, en secondes.