

---

---

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

**Partie 3:**

Dosage des ions chromate, iodure, sulfite,  
thiocyanate et thiosulfate

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

*Part 3: Determination of chromate, iodide, sulfite, thiocyanate and  
thiosulfate*



## Sommaire

|     |                                                         |    |
|-----|---------------------------------------------------------|----|
| 1   | Domaine d'application .....                             | 1  |
| 2   | Références normatives .....                             | 2  |
| 3   | Principe.....                                           | 2  |
| 4   | Dosage des ions iodure, thiocyanate et thiosulfate..... | 3  |
| 4.1 | Réactifs.....                                           | 3  |
| 4.2 | Appareillage .....                                      | 7  |
| 4.3 | Interférences .....                                     | 9  |
| 4.4 | Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon ..... | 9  |
| 4.5 | Mode opératoire.....                                    | 10 |
| 4.6 | Calculs .....                                           | 12 |
| 4.7 | Expression des résultats.....                           | 12 |
| 4.8 | Rapport d'essai.....                                    | 12 |
| 5   | Dosage des ions sulfite.....                            | 12 |
| 5.1 | Réactifs.....                                           | 12 |
| 5.2 | Appareillage .....                                      | 15 |
| 5.3 | Interférences .....                                     | 15 |
| 5.4 | Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon ..... | 16 |
| 5.5 | Mode opératoire.....                                    | 16 |
| 5.6 | Calculs .....                                           | 17 |
| 5.7 | Expression des résultats .....                          | 17 |
| 5.8 | Rapport d'essai.....                                    | 17 |
| 6   | Dosage des ions chromate .....                          | 17 |

© ISO 1997

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  
Internet central@iso.ch  
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

|                                                                    |           |
|--------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>6.1 Réactifs</b> .....                                          | <b>17</b> |
| <b>6.2 Appareillage</b> .....                                      | <b>19</b> |
| <b>6.3 Interférences</b> .....                                     | <b>19</b> |
| <b>6.4 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon</b> ..... | <b>19</b> |
| <b>6.5 Mode opératoire</b> .....                                   | <b>19</b> |
| <b>6.6 Calculs</b> .....                                           | <b>19</b> |
| <b>6.7 Expression des résultats</b> .....                          | <b>19</b> |
| <b>6.8 Rapport d'essai</b> .....                                   | <b>19</b> |
| <b>7 Fidélité</b> .....                                            | <b>19</b> |
| <b>Annexe A (informative) Essai interlaboratoire</b> .....         | <b>20</b> |
| <b>Annexe B (informative) Bibliographie</b> .....                  | <b>23</b> |

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

ISO 10304-3:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d8b63c8-60c1-40b7-bdc4-28290ee64f27/iso-10304-3-1997>

## 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 10304-3 a été élaborée par l'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 1: Méthode applicable pour les eaux faiblement contaminées*
- *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*

Les annexes A et B de la présente partie de l'ISO 10304 sont données uniquement à titre d'information.

## Introduction

Les exigences essentielles minimales d'un système de chromatographie ionique à appliquer dans le cadre de la présente partie de l'ISO 10304 sont les suivantes:

- |                                    |                                                                                                                                                                                                                                                                         |
|------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| a) Résolution de la colonne:       | Il est essentiel pour l'anion à doser que la résolution du pic ne soit pas inférieure à $R = 1,3$ (voir 4.2.2, figure 3)                                                                                                                                                |
| b) Méthode de détection:           | <ol style="list-style-type: none"><li>1) mesurage de la conductivité électrique, respectivement avec ou sans réacteur post-colonne</li><li>2) mesurage spectrométrique (UV/visible), directement ou indirectement</li><li>3) détection ampérométrique directe</li></ol> |
| c) Applicabilité de la méthode:    | Domaine de travail selon le tableau 1                                                                                                                                                                                                                                   |
| d) Étalonnage (4.5.1):             | Étalonnage et dosage dans le domaine de linéarité de réponse (voir l'ISO 8466-1)                                                                                                                                                                                        |
| e) Garantie de qualité analytique: | Vérification de la validité de la fonction d'étalonnage. Répéter les dosages si nécessaire.                                                                                                                                                                             |

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

La diversité des appareillages appropriés et compatibles et des opérations du mode opératoire qui en découlent ne permettent qu'une description globale.

ISO 10304-3:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d8b63c8-60c1-40b7-bdc4-2829ccc0427/iso-10304-3-1997>

Pour plus d'informations sur la technique analytique, se reporter au document de référence [1].

Page blanche

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

ISO 10304-3:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d8b63c8-60c1-40b7-bdc4-28290ee64f27/iso-10304-3-1997>

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

## Partie 3:

Dosage des ions chromate, iodure, sulfite, thiocyanate et thiosulfate

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10304 spécifie des méthodes pour le dosage des anions dissous:

- iodure, thiocyanate et thiosulfate (article 4);
- sulfite (article 5);
- chromate (article 6).

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 applicables**

| Anion                                                                                                                                                          | Domaine de travail <sup>1)</sup>         | Détecteur                                                                                |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|
| Chromate ( $\text{CrO}_4$ ), article 6                                                                                                                         | 0,05 mg/l à 50 mg/l                      | UV ( $\lambda = 365 \text{ nm}$ )                                                        |
| Iodure (I), article 4                                                                                                                                          | 0,1 mg/l à 50 mg/l                       | CD ou UV ( $\lambda = 205 \text{ nm}$ à $236 \text{ nm}$ )<br>AD (environ 0,7 V à 1,1 V) |
| Sulfite ( $\text{SO}_3$ ), article 5                                                                                                                           | 0,1 mg/l à 50 mg/l<br>0,5 mg/l à 50 mg/l | CD<br>UV ( $\lambda = 205 \text{ nm}$ à $220 \text{ nm}$ )                               |
| Thiocyanate (SCN), article 4                                                                                                                                   | 0,1 mg/l à 50 mg/l                       | CD ou UV ( $\lambda = 205 \text{ nm}$ à $220 \text{ nm}$ )<br>AD (environ 0,7 V à 1,1 V) |
| Thiosulfate ( $\text{S}_2\text{O}_3$ ), article 4                                                                                                              | 0,1 mg/l à 50 mg/l                       | CD ou UV ( $\lambda = 205 \text{ nm}$ à $220 \text{ nm}$ )<br>AD (environ 0,7 V à 1,1 V) |
| 1) Le domaine de travail est limité par la capacité d'échange des colonnes. Une dilution de l'échantillon dans le domaine de travail peut s'avérer nécessaire. |                                          |                                                                                          |

## 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 — Dosages 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.*

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.*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d8b63c8-60c1-40b7-bdc4-28290ee6427/iso-10304-3-1997>

## 3 Principe

**3.1** Séparation des anions 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, voir 4.1.16, 5.1.4 et 6.1.9).

**3.2** L'addition d'agents organiques, tels que l'hydroxy-4 benzonitrile (voir 4.1.16.2.2, 4.3.4), ou de solvants organiques à l'éluant peut être utilisée pour accélérer l'élution ou réduire les effets de traînée des pics, notamment pour l'analyse des ions fortement polarisables tels que les ions iodure, thiocyanate et thiosulfate.

**3.3** Détection par détecteurs conductimétrique (CD), UV et ampérométrique (AD).

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

**3.3.2** La détection par UV mesure soit directement l'absorption (voir le tableau 1) soit, en cas d'anions transparents aux UV, la diminution de l'absorption du fond causé par un éluant absorbant les UV (mesurage indirect). En cas de détection indirecte par UV, la longueur d'onde du mesurage dépend de la composition de l'éluant.

**3.3.3** Les détecteurs ampérométriques mesurent l'intensité du courant généré par l'oxydation des anions. Le potentiel d'oxydation requis pour les anions concernés dépend de la valeur du pH de l'éluant.

**3.4** La concentration des anions correspondants est déterminée par un étalonnage global de la procédure. Des cas particuliers peuvent nécessiter un étalonnage par addition d'un étalon (ajout dosé).

## 4 Dosage des ions iodure, thiocyanate et thiosulfate

Suivre les instructions de l'article 4 afin de pouvoir effectuer les dosages dans le domaine de travail donné dans le tableau 1.

### 4.1 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, s'ils sont disponibles dans le commerce. Effectuer les pesées avec une précision de l'ordre de 1 % de la masse nominale. L'eau utilisée doit avoir une conductivité électrique inférieure à 0,1 mS/m et ne doit pas contenir de particules de diamètre supérieur à 0,45 µm. Un accroissement de conductivité résultant de la dissolution de dioxyde de carbone ne perturbe pas le dosage.

#### 4.1.1 Hydrogénocarbonate de sodium, $\text{NaHCO}_3$

#### 4.1.2 Carbonate de sodium, $\text{Na}_2\text{CO}_3$

#### 4.1.3 Acide phtalique, $\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$

#### 4.1.4 Tétraborate de sodium, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$

#### 4.1.5 Acide gluconique, sel de sodium, $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NaO}_7$

#### 4.1.6 Méthanol, $\text{CH}_3\text{OH}$

#### 4.1.7 Acide borique, $\text{H}_3\text{BO}_3$

#### 4.1.8 Glycérol, $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$

#### 4.1.9 Acétonitrile, $\text{CH}_3\text{CN}$

#### 4.1.10 Hydroxyde de sodium, solution, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

#### 4.1.11 Hydroxy-4 benzonitrile, $\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}$

#### 4.1.12 Tri(hydroxyméthyl)aminométhane, $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_3$

#### 4.1.13 Thiosulfate de sodium pentahydraté, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

#### 4.1.14 Iodure de sodium, $\text{NaI}$

#### 4.1.15 Thiocyanate de potassium, $\text{KSCN}$

#### 4.1.16 Éluants

##### 4.1.16.1 Généralités

Divers éluants sont utilisés, le choix dépendant du type de colonne de séparation et de détecteur employés. Il convient donc de suivre les instructions du constructeur de la colonne pour définir la composition exacte de l'éluant. Les compositions d'éluants décrites en 4.1.16.2 et 4.1.16.3 ne sont données qu'à titre d'exemples.

Une sélection de réactifs pour quelques éluants couramment utilisés est présentée en 4.1.1 à 4.1.12.

Dégazer tous les éluants ou les préparer avec de l'eau dégazée (4.1). Veiller à empêcher toute redissolution ultérieure de gaz durant l'opération (par exemple par superposition d'hélium). Pour éviter la prolifération de bactéries ou d'algues, conserver les éluants à l'obscurité et les renouveler tous les deux ou trois jours.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 10304-3:1997  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d8b63c8-60c1-40b7-bdc4-28290ee64e27/iso-10304-3-1997>

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

Pour la chromatographie ionique avec réaction post-colonne, on utilise 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.

##### 4.1.16.2.1 Solution concentrée de carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium

L'addition de la solution concentrée d'éluant suivante à l'échantillon donne des résultats satisfaisants pour le prétraitement de l'échantillon et la préparation de l'éluant (voir 4.1.16.2.2).

Placer, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 36 g de carbonate de sodium (4.1.2) et 36,1 g d'hydrogénocarbonate de sodium (4.1.1) et compléter au volume avec de l'eau (4.1).

Cette solution contient 0,34 mol/l de carbonate de sodium et 0,43 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium. Cette solution reste stable pendant plusieurs mois si elle est conservée entre 4 °C et 6 °C.

##### 4.1.16.2.2 Éluant carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium

L'éluant suivant donne des résultats satisfaisants pour le dosage des iodures, thiocyanates et thiosulfates.

Placer, dans une fiole jaugée de 5 000 ml, 50 ml de solution concentrée (4.1.16.2.1), ajouter de l'eau (4.1), ajouter 750 mg d'hydroxy-4 benzonitrile (4.1.11) et compléter au volume avec de l'eau (4.1).<sup>1) 2)</sup>

Cette solution contient 0,003 4 mol/l de carbonate de sodium, 0,004 3 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium et 0,001 3 mol/l d'hydroxy-4 benzonitrile. Renouveler l'éluant tous les deux ou trois jours (4.1.16).

#### 4.1.16.3 Exemples d'éluants pour chromatographie ionique sans réaction post-colonne

Pour la chromatographie ionique sans réaction post-colonne, on utilise des solutions salines, par exemple d'hydrogénophthalate de potassium, d'hydroxy-4 benzoate, de borate/gluconate de sodium et de benzoate de sodium. La concentration des sels est généralement comprise entre 0,000 5 mol/l et 0,01 mol/l. La solution concentrée et l'éluant sont préparés comme décrit respectivement en 4.1.16.2.1 et 4.1.16.2.2.

##### 4.1.16.3.1 Solution concentrée d'acide phtalique

L'addition de la solution concentrée d'éluant suivante à l'échantillon donne des résultats satisfaisants pour le prétraitement de l'échantillon et la préparation de l'éluant (voir 4.1.16.3.2).

Placer, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 4,485 g d'acide phtalique (4.1.3), les dissoudre dans environ 800 ml d'eau (4.1), ajouter 100 ml d'acétonitrile (4.1.9) et compléter au volume avec de l'eau (4.1). Ajuster le pH à 4 à l'aide de tri(hydroxyméthyl) aminométhane (4.1.12; qui peut être ajouté en suspension ou sous forme de solution, par exemple à 1 mol/l).

Cette solution contient 0,027 mol/l d'acide phtalique et environ 10 % d'acétonitrile.

##### 4.1.16.3.2 Éluant acide phtalique

L'éluant suivant peut être utilisé pour le dosage des iodures, thiocyanates et thiosulfates.

Pipetter 100 ml de la solution concentrée (4.1.16.3.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau (4.1).

1) L'hydroxy-4 benzonitrile peut être ajouté à l'éluant afin d'accélérer l'élution ou de réduire les effets de traînée des pics pour le dosage des iodures, thiocyanates et thiosulfates (article 4). Cependant des interférences sont possibles si un détecteur UV (4.3.4) est utilisé pour le dosage des iodures, thiocyanates et thiosulfates.

2) Pour améliorer la solubilité de l'hydroxy-4 benzonitrile, la substance peut être dissoute dans une petite quantité de méthanol ou d'éthanol et, après addition à la solution concentrée de l'éluant, il convient d'agiter la solution toute une nuit.

Cette solution contient 0,002 7 mol/l d'acide phtalique et environ 1 % d'acétonitrile. Il convient que le pH de la solution soit compris entre 4,0 et 4,5 <sup>3)</sup>. Renouveler l'éluant tous les deux ou trois jours (4.1.16).

#### 4.1.16.3.3 Solution concentrée de borate/gluconate

La solution concentrée d'éluant suivante donne des résultats satisfaisants pour la préparation de l'éluant (4.1.16.3.4) et le prétraitement des échantillons.

Placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 16 g d'acide gluconique, sel de sodium (4.1.5), 18 g d'acide borique (4.1.7) et 25 g de tétraborate de sodium (4.1.4), les dissoudre dans environ 500 ml d'eau (4.1), ajouter 250 ml de glycérol (4.1.8) et compléter au volume avec de l'eau (4.1).

Cette solution contient 0,073 mol/l d'acide gluconique, 0,291 mol/l d'acide borique, 0,124 mol/l de tétraborate de sodium et environ 25 % de glycérol. Cette solution reste stable pendant plusieurs mois si elle est conservée entre 4 °C et 6 °C.

#### 4.1.16.3.4 Éluant borate/gluconate

L'éluant suivant peut, par exemple, être utilisé pour le dosage des iodures, thiocyanates et thiosulfates.

Placer, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 500 ml d'eau (4.1), ajouter 23,5 ml de solution concentrée (4.1.16.3.3), 120 ml d'acétonitrile (4.1.9) et compléter au volume avec de l'eau (4.1).

Cette solution contient 0,001 7 mol/l d'acide gluconique, 0,006 8 mol/l d'acide borique, 0,002 9 mol/l de tétraborate de sodium, environ 0,6 % de glycérol et environ 12 % d'acétonitrile. Il convient que le pH de cette solution soit compris entre 8,3 et 8,7 <sup>4)</sup>. Renouveler l'éluant tous les deux ou trois jours (4.1.16).

#### 4.1.17 Solutions mères

Préparer pour chacun des anions iodure, thiocyanate et thiosulfate une solution mère de concentration égale à 1 000 mg/l.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d8b63c8-60c1-40b7-bdc4-28290ee64d7/iso-10304-3-1997>

Dans des fioles jaugées de 1 000 ml, dissoudre dans un peu d'eau la masse appropriée de chaque substance, prétraitée comme indiqué dans le tableau 2. Compléter au volume avec de l'eau. Les solutions restent stables pendant plusieurs mois si elles sont conservées entre 4 °C et 6 °C dans des flacons en polyéthylène.

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

**Tableau 2 — Prétraitement et concentrations en masse des solutions mères**

| Prétraitement par séchage 1)                                                  |                                                                  |                        |                   |                      |
|-------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|------------------------|-------------------|----------------------|
| Anion                                                                         | Sel                                                              | Durée<br>h             | Température<br>°C | Concentration<br>g/l |
| Iodure                                                                        | NaI                                                              | 3                      | 103 à 106         | 1,181 2              |
| Thiocyanate                                                                   | KSCN                                                             | 1                      | 103 à 106         | 1,673 2              |
| Thiosulfate 2)                                                                | Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O | Séchage non recommandé |                   | 2,213 4              |
| 1) Après séchage, laisser les sels refroidir dans un dessiccateur hermétique. |                                                                  |                        |                   |                      |
| 2) L'ajustement du titre est nécessaire avant utilisation.                    |                                                                  |                        |                   |                      |

3) Des valeurs de pH inférieures à 4,0 ou supérieures à 4,5 peuvent entraîner une augmentation des temps de rétention ou provoquer une diminution de la résolution  $R < 1,3$  (pour le critère de résolution  $R$ , voir 4.2.2).

4) Des valeurs de pH inférieures à 8,3 ou supérieures à 8,7 peuvent entraîner une augmentation des temps de rétention ou provoquer une diminution de la résolution  $R < 1,3$  (pour le critère de résolution  $R$ , voir 4.2.2).

#### 4.1.18 Solutions mixtes étalons

Suivant les concentrations présumées, préparer à partir des solutions mères (4.1.17) des solutions étalons de compositions variées en anions et de concentrations différentes. Le risque d'un changement des concentrations dû à des interactions avec le matériau du récipient est d'autant plus élevé que la concentration des anions est faible. Conserver les solutions étalons dans des flacons en polyéthylène.

Pour éviter toute contamination croisée, utiliser toujours les mêmes flacons pour une solution de composition et de concentration données.

##### 4.1.18.1 Solution mixte étalon I d'iodure, de thiocyanate et de thiosulfate

La concentration en masse de cette solution est la suivante:

$$\rho(I, SCN, S_2O_3) = 100 \text{ mg/l}$$

Pipetter 10 ml de chacune des solutions mères préparées comme indiqué en 4.1.17 dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau (4.1).

Conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène. La solution reste stable pendant environ une semaine si elle est conservée entre 4 °C et 6 °C.

##### 4.1.18.2 Solution mixte étalon II d'iodure, de thiocyanate et de thiosulfate

La concentration en masse de cette solution est la suivante:

$$\rho(I, SCN, S_2O_3) = 10 \text{ mg/l}$$

Pipetter 10 ml de la solution mixte étalon I (4.1.18.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau (4.1).

La solution reste stable seulement pendant un à deux jours, même si elle est conservée entre 4 °C et 6 °C.

Préparer d'autres solutions étalons par des dilutions appropriées de la solution mixte étalon I (4.1.18.1).

#### 4.1.19 Solutions d'étalonnage d'anions

Suivant la concentration présumée des anions dans l'échantillon, utiliser les solutions mères (4.1.17) ou les solutions mixtes étalons (4.1.18.1 et 4.1.18.2) pour préparer 5 à 10 solutions d'étalonnage couvrant, de façon aussi équidistante que possible, le domaine de dosage supposé.

Par exemple, procéder comme suit pour des concentrations comprises entre 1,0 mg/l et 10 mg/l pour les anions iodure, thiocyanate et thiosulfate.

Pipetter 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 mixte étalon I (4.1.18.1) dans une série de fioles jaugées de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et ajouter 0,1 ml de solution d'hydroxyde de sodium <sup>5)</sup> <sup>6)</sup> (4.1.10).

Les concentrations des anions iodure, thiocyanate et thiosulfate dans ces solutions d'étalonnage sont respectivement de 1 mg/l, 2 mg/l, 3 mg/l, 4 mg/l, 5 mg/l, 6 mg/l, 7 mg/l, 8 mg/l, 9 mg/l et 10 mg/l.

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

5) On peut également utiliser la solution concentrée d'éluant conformément à 4.1.16.2.1 ou 4.1.16.3.3.

6) L'addition de 0,1 ml de solution d'hydroxyde de sodium ou de 0,1 ml de solution concentrée d'éluant diminuera la concentration de la solution de référence. Cet effet est compensé par le fait que l'échantillon subit le même traitement.