

---

---

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

**Partie 4:**

Dosage des ions chlorate, chlorure et chlorite  
dans des eaux faiblement contaminées

(standards.iteh.ai)

*Water quality — Determination of dissolved anions by liquid  
chromatography of ions —*  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso-10304-4-1997>

*Part 4: Determination of chlorate, chloride and chlorite in water with low  
contamination*



## 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 10304-4 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.

© 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

## 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:

- Résolution de la colonne: Il est essentiel pour l'anion à doser que la résolution du pic ne soit pas inférieure à  $R = 1,3$  (article 7, figure 3)
- Méthode de détection:
  - a) mesurage de la conductivité électrique, respectivement avec ou sans réacteur post-colonne
  - b) mesurage spectrométrique (UV/visible), directement ou indirectement
  - c) détection ampérométrique directe
- Applicabilité de la méthode: Domaine de travail selon le tableau 1
- Étalonnage (9.1): Étalonnage et dosage dans le domaine de linéarité de réponse (voir l'ISO 8466-1). Utilisation de la méthode des ajouts dosés pour certaines applications particulières (9.2).
- Garantie de qualité analytique (9.3): Vérification de la validité de la fonction d'étalonnage. Répéter les dosages si nécessaire.

iteh STANDARDS 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 10304-4:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58e54a7e-26a5-4186-b92b-06217e19363e/iso-10304-4:1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58e54a7e-26a5-4186-b92b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58e54a7e-26a5-4186-b92b-06217e19363e/iso-10304-4:1997)

[06217e19363e/iso-10304-4:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58e54a7e-26a5-4186-b92b-06217e19363e/iso-10304-4:1997)

Pour plus d'informations sur la technique analytique, se reporter au document de référence [2].

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

ISO 10304-4:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58e54a7e-26a5-4186-b92b-0626ab19162e/iso-10304-4-1997>

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

## Partie 4:

### Dosage des ions chlorate, chlorure et chlorite dans des eaux faiblement contaminées

#### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10304 prescrit une méthode pour le dosage des anions chlorate, chlorure et chlorite dissous dans les eaux faiblement contaminées (par exemple eau destinée à la consommation humaine, eau brute ou eau de piscine).

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 de la méthode d'analyse

Anion	Domaine de travail (mg/l) <sup>1)</sup>	Détection
Chlorate	0,03 à 10	CD
Chlorure	0,1 à 50	CD
Chlorite <sup>2)</sup>	0,05 à 1	CD
	0,1 à 1 0,01 à 1	UV ( $\lambda = 207 \text{ nm à } 220 \text{ nm}$ ) AD (0,4 V à 1,0 V)

1) Le domaine de travail est limité par la capacité d'échange d'ions des colonnes. Une dilution de l'échantillon dans le domaine de travail peut s'avérer nécessaire.

2) Le domaine de travail minimal pour l'anion chlorite de 0,05 mg/l a été obtenu à l'aide de contrôles d'étalonnage, mais les essais circulaires (annexe A, tableau A.4) ont montré qu'il était difficile d'obtenir cette valeur avec une exactitude suffisante. En conséquence, il est nécessaire de prendre des précautions lorsque l'on travaille dans le domaine inférieur de travail de cette méthode.

#### 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.*

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.*

ISO 10530:1992, *Qualité de l'eau — Dosage des sulfures dissous — Méthode photométrique au bleu de méthylène.*

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

### 3 Interférences

**3.1** Certains acides organiques, tels que les acides mono- et dicarboxyliques, ou les sous-produits de désinfection (par exemple l'acide chloroacétique) peuvent interférer. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58e54a7e-26a5-4186-b92b-10304-4:1997>

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58e54a7e-26a5-4186-b92b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58e54a7e-26a5-4186-b92b-10304-4:1997)

**3.2** Les composés organiques dissous peuvent réagir avec l'électrode de travail du détecteur ampérométrique, résultant en une chute de la sensibilité.

**3.3** La présence de fluorures, carbonates, nitrites et nitrates peut entraîner des interférences avec le dosage des chlorates, chlorures et chlorites. Les différentes concentrations données au tableau 2 sont typiques pour les détecteurs conductimétriques, UV et ampérométriques.

**3.4** Des teneurs élevées en chlorures et bromures peuvent causer des interférences avec le dosage des chlorites et chlorates. Éliminer les chlorures et bromures à l'aide d'échangeurs spécifiques (voir 8.2).

**3.5** La présence de matières en suspension et de composés organiques (tels que huiles minérales, détergents, acides humiques) réduit la durée de vie de la colonne de séparation. Il convient donc de les éliminer de l'échantillon avant de procéder à l'analyse (article 8).

### 4 Principe

Séparation des anions chlorate, chlorure et chlorite 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, 5.11).

La détection est effectuée par détecteurs conductimétrique (CD), UV et ampérométrique (AD).

Tableau 2 — Sensibilité croisée typique des anions

Rapport des concentrations en masse <sup>1)</sup> ion dosé / ion interférent	Détection
Chlorate/bromure 1:50	CD
Chlorate/nitrate 1:500	CD
Chlorure/fluorure 1:500	CD
Chlorure/chlorite 1:1000	CD
Chlorure/nitrite 1:50	CD
Chlorite/fluorure 1:100	CD
Chlorite/fluorure 1:10	UV
Chlorite/carbonate 1:1000	CD
Chlorite/chlorure 1:1000	CD / UV / AD
Chlorite/nitrite 1:100	AD

1) Si les exigences de qualité de l'article 7 ne sont pas satisfaites (par exemple voir les figures 2 et 3), l'échantillon doit être dilué.

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.

La détection UV mesure soit directement soit indirectement l'absorption.

La détection ampérométrique des chlorites est effectuée via le mesurage de l'intensité du courant généré par l'oxydation des chlorites. Le potentiel d'oxydation pour les chlorites dépend du pH de l'éluant. L'utilisation d'électrodes en carbone s'est avérée satisfaisante.

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

## 5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. 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 0,01 mS/m et ne doit pas contenir de particules de granulométrie supérieure à 0,45 µm. Un accroissement de conductivité résultant de la dissolution de dioxyde de carbone ne perturbe pas le dosage.

- 5.1 **Hydrogénocarbonate de sodium**, NaHCO<sub>3</sub>
- 5.2 **Carbonate de sodium**, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- 5.3 **Tri(hydroxyméthyl) aminométhane**, NH<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>OH)<sub>3</sub>
- 5.4 **Acétonitrile**, CH<sub>3</sub>CN
- 5.5 **Hydroxyde de sodium**, solution,  $\alpha(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 5.6 **Acide benzoïque**, C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>
- 5.7 **Hydroxyde de potassium**, solution,  $\alpha(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$

**5.8 Chlorite de sodium, NaClO<sub>2</sub> (80 %)****5.9 Chlorure de sodium, NaCl****5.10 Chlorate de sodium, NaClO<sub>3</sub>****5.11 Éluants**

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 5.11.1.2, 5.11.1.4, 5.11.2.2 et 5.11.2.3 ne sont données qu'à titre d'exemples.

Une sélection de réactifs pour quelques éluants couramment utilisés est présentée de 5.1 à 5.7. La préparation des éluants à partir de solutions concentrées s'est avérée satisfaisante.

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

**5.11.1 Exemples d'éluants pour chromatographie ionique avec réaction post colonne**

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

**5.11.1.1 Solution concentrée de carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium**

Préparer la solution concentrée d'éluant de la manière suivante.

Placer, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 19,1 g de carbonate de sodium (5.2) et 14,3 g d'hydrogénocarbonate de sodium (5.1), dissoudre dans l'eau (article 5) et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution contient 0,18 mol/l de carbonate de sodium et 0,17 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium. Cette solution reste stable pendant plusieurs mois si elle est conservée entre 2 °C et 6 °C.

**5.11.1.2 Éluant de carbonate de sodium/hydrogénocarbonate de sodium**

L'éluant suivant donne des résultats satisfaisants pour le dosage des chlorates, chlorures et chlorites.

Placer à la pipette, dans une fiole jaugée de 5 000 ml, 50 ml de solution concentrée (5.11.1.1) et compléter au volume avec de l'eau (article 5).

Cette solution contient 0,001 8 mol/l de carbonate de sodium et 0,001 7 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium. Conserver cette solution dans un flacon en verre brun et la renouveler tous les 3 jours.

**5.11.1.3 Solution concentrée d'hydrogénocarbonate de sodium**

Préparer la solution concentrée d'éluant de la manière suivante.

Placer, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 8,4 g d'hydrogénocarbonate de sodium (5.1), dissoudre dans l'eau (article 5) et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution contient 0,1 mol/l d'hydrogénocarbonate de sodium. Cette solution reste stable pendant plusieurs mois si elle est conservée entre 2 °C et 6 °C.

**5.11.1.4 Éluant d'hydrogénocarbonate de sodium**

L'éluant suivant donne des résultats satisfaisants pour le dosage des chlorates, chlorures et chlorites.

Placer à la pipette, dans une fiole jaugée de 5 00 ml, 50 ml de solution concentrée (5.11.1.3) et compléter au volume avec de l'eau (article 5).

Cette solution contient 0,001 mol/l de d'hydrogénocarbonate de sodium. Renouveler la solution tous les 3 jours.

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

Pour les systèmes de chromatographie ionique sans réaction post colonne, des solutions de sels, par exemple d'hydrogénophthalate de potassium, d'acide *p*-hydroxybenzoïque, de borate de sodium/gluconate de sodium, d'hydroxyde de potassium ou de benzoate de sodium sont utilisées. Ces solutions peuvent contenir différents additifs, par exemple des alcools. La concentration des sels est généralement comprise dans la gamme allant de 0,000 5 mol/l à 0,01 mol/l.

#### 5.11.2.1 Solution concentrée d'acide benzoïque

Préparer la solution concentrée d'éluant de la manière suivante.

Placer, dans un bécher de 1 000 ml, 3,664 g d'acide benzoïque (5.6), ajouter environ 950 ml d'eau (article 5). Ajuster le pH de la solution à environ 4,2 avec du tri(hydroxyméthyl) aminométhane (5.3), en l'ajoutant soit sous forme de composé solide soit sous forme de solution concentrée. Agiter et dissoudre en chauffant doucement (60 °C à 80 °C). Après dissolution, transférer la solution refroidie dans une fiole jaugée de 1 000 ml et ajouter 10 ml d'acétonitrile (5.4). Ajuster le pH de la solution à 4.6 avec du tri(hydroxyméthyl) aminométhane (5.3), en l'ajoutant soit sous forme de composé solide soit sous forme de solution, et compléter au volume avec de l'eau (article 5).

Cette solution contient 0,03 mol/l d'acide benzoïque et environ 1 % d'acétonitrile. Cette solution reste stable pendant un mois si elle est conservée entre 2 °C et 6 °C.

#### 5.11.2.2 Éluant d'acide benzoïque (standards.iteh.ai)

L'éluant suivant donne des résultats satisfaisants pour le dosage des chlorates, chlorures et chlorites.

Placer, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 100 ml de solution concentrée (5.11.2.1) et 20 ml d'acétonitrile (5.4) et compléter au volume avec de l'eau (article 5).

Cette solution contient 0,003 mol/l d'acide benzoïque et environ 2 % d'acétonitrile. Le pH de l'éluant est de 4,65. Renouveler la solution tous les 7 jours.

#### 5.11.2.3 Éluant d'hydroxyde de potassium

L'éluant suivant donne des résultats satisfaisants pour le dosage des chlorates, chlorures et chlorites.

Placer, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 500 ml d'eau (article 5), ajouter 10 ml de solution d'hydroxyde de potassium (5.7) et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution contient 0,005 mol/l d'hydroxyde de potassium. Renouveler la solution tous les 3 jours.

### 5.12 Solutions mères

Préparer pour chacun des anions chlorate, chlorure et chlorite une solution mère de concentration  $\rho = 1\ 000$  mg/l.

Dans des fioles jaugées de 1 000 ml, dissoudre la masse appropriée de chaque substance (5.8, 5.9, 5.10), préparée comme indiqué au tableau 3 dans environ 800 ml d'eau (article 5, dégazée à l'azote ou à l'hélium), ajouter 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.5). Compléter au volume avec de l'eau. Les solutions restent stables comme indiqué au tableau 3.

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

Tableau 3 — Composition, prétraitement et suggestions de conservation des solutions mères

Anion	Substance	Concentration de la portion de substance g/l	Prétraitement	Conservation
Chlorate	NaClO <sub>3</sub>	1,275 3 ± 0,013	Sécher uniquement dans un dessiccateur	Pendant 1 mois dans un récipient en verre entre 2 °C et 6 °C
Chlorure NaCl		1,648 4 ± 0,017	Sécher à 105 °C	Dans un récipient en polyéthylène pendant 3 mois entre 2 °C et 6 °C
Chlorite <sup>1)</sup>	NaClO <sub>2</sub>	environ 1,7	Sécher uniquement dans un dessiccateur	Pendant 1 semaine dans un récipient en verre entre 2 °C et 6 °C à l'obscurité

1) La concentration de la solution mère de chlorite doit être déterminée, avant emploi, par iodométrie (voir l'ISO 10530:1992, annexe A).

### 5.13 Solutions étalons

Suivant les concentrations présumées, préparer à partir des solutions mères (5.12), des solutions étalons de compositions variées en anions et de concentrations différentes. Le risque de changement des concentrations dû à l'interaction 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. Prendre en considération que le sel de chlorite de sodium peut contenir jusqu'à 20 % de chlorure de sodium. Préparer les solutions étalons de chlorite comme décrit en 5.13.2 pour éviter une contamination par des chlorures, par exemple de la solution mixte étalon (5.13.1).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58e54a7e-26a5-4186-b92b-0626ab19162e/iso-10304-4-1997>

#### 5.13.1 Solution mixte étalon de chlorate et de chlorure

La concentration en masse de cette solution est la suivante:

$$\rho(\text{ClO}_3^-, \text{Cl}^-) = 10 \text{ mg/l}$$

Pipetter 1 ml de chacune des solutions mères de chlorate et chlorure (5.12) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 0,1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.5) et compléter au volume avec de l'eau (article 5).

Préparer la solution le jour de l'emploi.

Il est possible de préparer d'autres solutions mixtes étalons par dilutions de la solution mixte étalon.

#### 5.13.2 Solution étalon de chlorite

La concentration en masse de cette solution est la suivante:

$$\rho(\text{ClO}_2^-) = 10 \text{ mg/l}$$

Pipetter 1 ml de la solution mère de chlorite (5.12) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 0,1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.5) et compléter au volume avec de l'eau (article 5).

Préparer la solution le jour de l'emploi.

Il est possible de préparer d'autres solutions étalons par dilutions de la solution étalon de chlorite.

## 5.14 Solutions d'étalonnage d'anions

### 5.14.1 Solutions d'étalonnage de chlorate et de chlorure

Suivant la concentration présumée des anions dans l'échantillon, utiliser les solutions mères (5.12) ou la solution mixte étalon (5.13.1) pour préparer 5 à 10 solutions d'étalonnage de concentrations couvrant, de façon aussi équidistante que possible, le domaine de dosage présumé.

Par exemple, procéder comme suit pour des concentrations comprises entre 0,1 mg/l et 1,0 mg/l de  $\text{ClO}_3^-$  et  $\text{Cl}^-$ .

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 (5.13.1) dans une série de fioles jaugées de 100 ml, ajouter 0,1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.5) et compléter au volume avec de l'eau (article 5). Les concentrations de  $\text{ClO}_3^-$  et  $\text{Cl}^-$  de ces solutions d'étalonnage sont respectivement de 0,1 mg/l, 0,2 mg/l, 0,3 mg/l, 0,4 mg/l, 0,5 mg/l, 0,6 mg/l, 0,7 mg/l, 0,8 mg/l, 0,9 mg/l et 1,0 mg/l.

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

### 5.14.2 Solutions d'étalonnage de chlorite

Suivant la concentration présumée des anions dans l'échantillon, utiliser la solution mère (5.12) ou la solution étalon de chlorite (5.13.2) pour préparer 5 à 10 solutions d'étalonnage de concentrations couvrant, de façon aussi équidistante que possible, le domaine de dosage présumé.

Par exemple, procéder comme suit pour des concentrations comprises entre 0,1 mg/l et 1,0 mg/l de  $\text{ClO}_2^-$ .

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 étalon de chlorite (5.13.2) dans une série de fioles jaugées de 100 ml, ajouter 0,1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.5) et compléter au volume avec de l'eau (article 5). Les concentrations de  $\text{ClO}_2^-$  de ces solutions d'étalonnage sont respectivement de 0,1 mg/l, 0,2 mg/l, 0,3 mg/l, 0,4 mg/l, 0,5 mg/l, 0,6 mg/l, 0,7 mg/l, 0,8 mg/l, 0,9 mg/l et 1,0 mg/l.

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

## 5.15 Solutions d'essai à blanc

Remplir d'eau (article 5) jusqu'au trait repère une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 0,1 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.5).

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**6.1 Système de chromatographie ionique**, satisfaisant aux exigences de qualité définies dans l'article 7. En général, il doit comprendre les éléments suivants (voir la figure 1):

- réservoir d'éluant;
- pompe adaptée pour CLHP;
- dispositif d'injection de l'échantillon incorporant une boucle d'échantillonnage (par exemple de 50  $\mu\text{l}$ );
- précolonne (voir 9.2) contenant par exemple la même résine que la colonne de séparation analytique ou garnie d'un polymère macroporeux;
- colonne de séparation satisfaisant aux exigences de performance spécifiées (article 7);
- détecteur conductimétrique (avec ou sans réacteur post-colonne) ou détecteur UV (par exemple spectrophotomètre, 190 nm à 400 nm) ou détecteur ampérométrique;