
**Qualité de l'eau — Dosage de l'arsenic
et de l'antimoine —**

Partie 2:

**Méthode par spectrométrie
d'absorption atomique à génération
d'hydrures (HG-AAS)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Water quality — Determination of arsenic and antimony —
Part 2: Method using hydride generation atomic absorption
spectrometry (HG-AAS)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dfcb2ca-82ee-43af-9953-4c4597f50cd5/iso-17378-2-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17378-2:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0df2eb2ca-82ee-43af-9953-4c4597f50cd5/iso-17378-2-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	2
3.1 Arsenic.....	2
3.2 Antimoine.....	2
4 Interférences	2
4.1 Généralités.....	2
4.2 Arsenic.....	3
4.3 Antimoine.....	3
5 Réactifs	4
6 Appareillage	8
7 Échantillonnage et préparation des échantillons	9
7.1 Technique d'échantillonnage.....	9
7.2 Réduction préalable.....	10
8 Réglage des instruments	10
9 Mode opératoire	11
9.1 Exigences générales.....	11
9.2 Analyse utilisant la méthode d'étalonnage normalisé.....	11
9.3 Analyse utilisant la technique de l'ajout dosé pour l'étalonnage.....	12
10 Étalonnage et analyse des données	13
10.1 Exigences générales.....	13
10.2 Calcul utilisant la courbe d'étalonnage.....	13
10.3 Calcul utilisant la technique de l'ajout dosé pour l'étalonnage.....	13
11 Expression des résultats	14
12 Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Informations supplémentaires	15
Annexe B (informative) Diagramme de flux schématique et réponse du signal	16
Annexe C (informative) Exemple de technique d'enrichissement	18
Annexe D (informative) Données de performance	20
Bibliographie	23

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues (voir www.iso.org/brevets).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dfcb2ca-82ee-43af-9953-4c459750cd5/iso-17378-2-2014>

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Cette première édition de l'ISO 17378-2 annule et remplace l'ISO 11969:1996, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 17378 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Dosage de l'arsenic et de l'antimoine*:

- *Partie 1: Méthode par spectrométrie de fluorescence atomique à génération d'hydrures (HG-AFS)*
- *Partie 2: Méthode par spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures (HG-AAS)*

Introduction

Il convient que la présente partie de l'ISO 17378 soit utilisée par des analystes ayant l'expérience du traitement d'éléments trace présents à de très faibles concentrations.

Les concentrations d'arsenic dans les eaux naturelles sont extrêmement variables, de moins de 10 µg/l jusqu'à plusieurs milligrammes par litre dans certaines parties de l'Asie, de l'Amérique du Sud et des États-Unis, et en particulier dans le delta du Gange, où l'intoxication à l'arsenic provenant des puits tubulaires contaminés est un problème grave. Les concentrations d'antimoine dans les eaux naturelles sont généralement largement inférieures à 10 µg/l. L'arsenic ou l'antimoine sont naturellement présents dans les composés organiques et inorganiques et peuvent avoir les états de valence -III, 0, III et V.

La décomposition totale de tous les composés de l'arsenic ou de l'antimoine nécessite un mode opératoire de digestion. La digestion ne peut être omise que si l'on est certain que l'arsenic ou l'antimoine présent dans l'échantillon peut former un hydrure covalent sans nécessiter d'étape de pré-oxydation.

Il convient que l'utilisateur ait à l'esprit que des problèmes particuliers sont susceptibles de nécessiter la spécification de conditions secondaires supplémentaires.

La méthode pour le dosage de l'arsenic ou de l'antimoine est identique en tous points, à l'exception de la préparation des solutions étalons à soumettre à essai. Pour éviter toute répétition ou duplication, le texte fait à la fois référence à l'arsenic et à l'antimoine lorsqu'il est applicable dans les deux cas. Le paragraphe qui décrit la préparation des solutions étalons, est divisé en [5.11.1](#) qui traite des solutions d'arsenic et en [5.11.2](#) qui traite des solutions d'antimoine.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17378-2:2014](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0df2eb2ca-82ee-43af-9953-4c4597f50cd5/iso-17378-2-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17378-2:2014](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dfcb2ca-82ee-43af-9953-4c4597f50cd5/iso-17378-2-2014>

Qualité de l'eau — Dosage de l'arsenic et de l'antimoine —

Partie 2:

Méthode par spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures (HG-AAS)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17378 spécifie une méthode pour le dosage de l'arsenic et de l'antimoine. Cette méthode s'applique à l'eau potable, aux eaux de surface, aux eaux souterraines et à l'eau de pluie. La plage d'application linéaire de la présente partie de l'ISO 17378 s'étend de 0,5 µg/l à 20 µg/l. Les échantillons contenant de l'arsenic ou de l'antimoine dans des concentrations plus élevées que la plage d'application peuvent être analysés après une dilution appropriée.

L'eau de mer n'entre généralement pas dans le domaine d'application de la présente partie de l'ISO 17378. Les échantillons d'eau de mer peuvent être analysés à l'aide d'une technique de l'ajout dosé dans la mesure où celle-ci a été validée pour les échantillons soumis à essai. Il est peu probable que cette méthode détecte des composés organoarséniés et organoantimoniés.

La sensibilité de cette méthode dépend des conditions opératoires choisies.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 5667-5, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 5: Lignes directrices pour l'échantillonnage de l'eau potable des usines de traitement et du réseau de distribution*

ISO 5667-6, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 6: Lignes directrices pour l'échantillonnage des rivières et des cours d'eau*

ISO 5667-8, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 8: Guide général pour l'échantillonnage des dépôts humides*

ISO 5667-11, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 11: Lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux souterraines*

ISO 8466-1, *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 8466-2, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré*

ISO 15587-1, *Qualité de l'eau — Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau — Partie 1: Digestion à l'eau régale*

3 Principe

NOTE D'autres techniques de mesure peuvent être applicables à condition que le laboratoire utilisateur puisse démontrer de manière appropriée que les critères de performance sont remplis ou dépassés. (Voir [Annexe C](#)).

3.1 Arsenic

Une partie aliquote de l'échantillon est acidifiée avec de l'acide chlorhydrique (5.3). Le réactif iodure de potassium-acide ascorbique (5.9) est ajouté pour garantir la réduction quantifiée d'arsenic(V) en arsenic(III). Les solutions d'échantillon sont traitées avec du tétrahydroborate de sodium (5.5) afin de générer le trihydrure d'arsenic gazeux covalent (arsine, AsH₃). L'hydrure et l'hydrogène en excès sont entraînés hors du récipient où ils ont été générés (mode discontinu) ou hors du séparateur gaz/liquide (mode en flux continu), jusque dans une cuve en silice chauffée. Après atomisation, l'absorbance de l'arsenic est déterminée à une longueur d'onde $\lambda = 193,7$ nm. Ce mode opératoire est automatisé au moyen d'un passeur d'échantillons et d'un logiciel de contrôle.

ISO 17378-2:2014

3.2 Antimoine

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dfcb2ca-82ee-43af-9953-4c4597f50cd5/iso-17378-2-2014>

Une partie aliquote de l'échantillon est digérée avec de l'acide chlorhydrique (5.3). Le réactif iodure de potassium-acide ascorbique (5.9) est ajouté pour garantir la réduction quantifiée de l'antimoine(V) en antimoine(III). Les solutions d'échantillon sont traitées avec du tétrahydroborate de sodium (5.5) afin de générer le trihydrure d'antimoine gazeux covalent (stibane, SbH₃). L'hydrure et l'hydrogène en excès sont entraînés hors du récipient où ils ont été générés (mode discontinu) ou hors du séparateur gaz/liquide (mode en flux continu). Après atomisation, l'absorbance de l'antimoine est déterminée à une longueur d'onde $\lambda = 217,6$ nm. Ce mode opératoire est automatisé au moyen d'un passeur d'échantillons et d'un logiciel de contrôle.

4 Interférences

4.1 Généralités

La technique de génération d'hydrures est sujette aux interférences dues aux métaux de transition et aux métaux facilement réductibles. Pour la majorité des échantillons d'eaux naturelles, ce type d'interférence ne doit pas être significatif. Il convient que l'utilisateur réalise des essais de récupération sur des eaux type et détermine également la concentration maximale d'éléments potentiellement interférents, en utilisant des méthodes appropriées. Si de telles interférences sont constatées, il convient d'évaluer leur niveau en procédant à des ajouts dosés.

Les métaux facilement réduits par du tétrahydroborate de sodium peuvent également causer des interférences. Il s'agit entre autres des métaux suivants: chrome, fer, cuivre, nickel et plomb. Si la concentration de ces éléments, spécifiée dans le [Tableau 1](#), est dépassée, une baisse significative de l'absorption peut se produire.

Tableau 1 — Concentration en masse maximale dans la solution d'essai de métaux lourds interférents (valable pour des systèmes d'analyse en flux)

Élément interférent				
Cr	Fe	Cu	Ni	Pb
mg/l				
500	500	500	250	100

Les conditions de réaction dans la présente partie de l'ISO 17378 ont été choisies pour minimiser ces interférences.

Des informations complémentaires sur ces interférences et sur la technique sont données en Références [1] et [2].

NOTE Si des systèmes d'analyse par lots sont utilisés, les concentrations en masse qui sont sensiblement inférieures à celles spécifiées dans les [Tableaux 1, 2 et 3](#) peuvent causer des interférences.

4.2 Arsenic

Les éléments comme l'antimoine, le sélénium, le tellure, le mercure et l'étain sont également volatilisés par ce mode opératoire et peuvent causer des interférences. Ces éléments ne provoquent pas d'interférence si les concentrations spécifiées dans le [Tableau 2](#) ne sont pas dépassées.

Tableau 2 — Concentration en masse maximale d'éléments formant des hydrures ou d'éléments volatils et ne causant pas d'interférence

Élément				
Sb	Se	Sn	Te	Hg
mg/l				
1	1	0,1	1	0,1

Si ces concentrations sont dépassées, il peut être nécessaire d'utiliser la technique de l'ajout dosé ([9.3](#)). Si l'on suppose que la teneur en arsenic est suffisamment élevée, il est recommandé de procéder à une dilution appropriée de l'échantillon d'eau.

4.3 Antimoine

Les éléments comme l'arsenic, le sélénium, le tellure, le mercure et l'étain sont également volatilisés par ce mode opératoire et peuvent causer des interférences. Ces éléments ne provoquent pas d'interférence si les concentrations spécifiées dans le [Tableau 3](#) ne sont pas dépassées.

Tableau 3 — Concentration en masse maximale d'éléments formant des hydrures ou d'éléments volatils et ne causant pas d'interférence

Élément				
As	Se	Sn	Te	Hg
mg/l				
1	1	0,1	1	0,1

Si ces concentrations sont dépassées, il peut être nécessaire d'utiliser la technique de l'ajout dosé ([9.3](#)). Si l'on suppose que la teneur en antimoine est suffisamment élevée, il est recommandé de procéder à une dilution appropriée de l'échantillon d'eau.

5 Réactifs

5.1 Exigences générales.

Il est important d'utiliser des réactifs de grande pureté dans tous les cas, avec un niveau minimal d'arsenic ou d'antimoine.

Des réactifs peuvent contenir de l'arsenic ou de l'antimoine comme impureté. Tous les réactifs doivent présenter des concentrations d'arsenic ou d'antimoine inférieures à celles qui entraîneraient une valeur à blanc d'arsenic ou d'antimoine pour la méthode étant au-dessus du niveau d'intérêt le plus bas.

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

Les réactifs doivent être préparés selon les recommandations du fabricant, en utilisant la série suivante comme exemple.

5.2 Eau, de qualité 1 tel que défini dans l'ISO 3696, pour la préparation et les dilutions de tous les échantillons.

5.3 Acide chlorhydrique, $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$.

5.4 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

5.5 Tétrahydroborate de sodium, NaBH_4

Disponible sous forme de pastilles.

Conserver les pastilles au sec, à l'abri de la lumière et de la chaleur.

5.6 Hydroxyde de sodium, NaOH .

5.7 Solution de tétrahydroborate de sodium, $\rho(\text{NaBH}_4) = 13 \text{ g/l}$.

Préparer des quantités appropriées le jour de l'utilisation (13 g se sont révélés adaptés pour le système illustré à la [Figure B.1](#)).

Dissoudre 0,4 g d'hydroxyde de sodium ([5.6](#)) ainsi que la quantité appropriée de tétrahydroborate de sodium ([5.5](#)) dans 800 ml d'eau et diluer pour obtenir 1 000 ml de solution.

Ne pas conserver la solution dans un récipient fermé en raison de l'augmentation potentielle de pression due à un dégagement d'hydrogène.

Il convient de vider lentement à l'évier la solution de tétrahydroborate de sodium en excès, avec de grandes quantités d'eau. Éviter tout contact avec les acides lors de l'élimination de la solution.

NOTE La concentration de NaBH_4 dépend des conditions de débit et du manifold du générateur d'hydrures. Voir les recommandations du fabricant.

Il est également possible de préparer de plus petits volumes au prorata.

5.8 Acide nitrique, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$.

NOTE L'acide nitrique est disponible à la fois sous la forme $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$ [$w(\text{HNO}_3) = 650 \text{ g/kg}$] et $\rho(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ g/ml}$ [$w(\text{HNO}_3) = 690 \text{ g/kg}$].

Pour préparer un mélange d'acide nitrique pour nettoyage, diluer l'acide nitrique (1,40 g/ml) avec un volume d'eau équivalent ([5.2](#)) en ajoutant avec précaution l'acide à l'eau.

5.9 Solution d'iodure de potassium et d'acide ascorbique.

Dissoudre ($250 \pm 0,1$) g d'iodure de potassium (KI) et ($50 \pm 0,1$) g d'acide ascorbique ($C_6H_8O_6$) dans environ 400 ml, puis diluer pour obtenir 500 ml de solution.

Préparer fraîchement le jour de l'utilisation. Voir Note en 5.7.

5.10 Solution de blanc réactif.

Pour 1 000 ml, préparer une solution contenant (300 ± 3) ml d'acide chlorhydrique (5.3) et ($20 \pm 0,5$) ml de solution d'iodure de potassium et d'acide ascorbique (5.9). Diluer au volume avec de l'eau (5.2).

IMPORTANT — Sur le système en flux continu, la solution de blanc réactif sert de fond. Comme la solution à blanc peut contenir des quantités d'arsenic ou d'antimoine détectables sous forme de traces, s'assurer que les mêmes réactifs sont utilisés pour la préparation des échantillons et des étalons ainsi que pour la préparation de la solution de blanc réactif.

Le signal de l'analyte se superpose à ce signal une fois que l'échantillon est introduit dans le cycle de mesure. Il convient que les concentrations d'arsenic et d'antimoine de la solution de blanc réactif soient inférieures au niveau d'intérêt le plus bas.

5.11 Solutions étalons (arsenic et antimoine).

5.11.1 Solutions d'arsenic (solutions étalons, mères et d'étalonnage).

5.11.1.1 Solution mère d'arsenic A, $\rho[As(III)] = 1\,000$ mg/l.

Utiliser une solution mère quantitative ayant une teneur traçable en arsenic(III) de ($1\,000 \pm 2$) mg/l.

Cette solution est considérée comme stable pendant au moins un an.

NOTE Si d'autres solutions mères sont disponibles, elles peuvent être utilisées dans la mesure où l'incertitude du mesurage n'est pas compromise.

Il est également possible d'utiliser une solution mère préparée à partir de produits chimiques d'une grande pureté.

Placer ($1,734 \pm 0,002$) g de métaarsénite de sodium $NaAsO_2$ dans une fiole jaugée de 1 100 ml.

Ajouter ($50 \pm 0,5$) ml d'acide chlorhydrique (5.3) et agiter pour dissoudre complètement le métaarsénite de sodium.

Diluer avec de l'eau (5.2) pour obtenir 1 l de solution.

5.11.1.2 Solution étalon d'arsenic B, $\rho[As(III)] = 10$ mg/l.

Mesurer avec une pipette ($1 \pm 0,01$) ml de solution mère d'arsenic A (5.11.1.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter ($30 \pm 0,5$) ml d'acide chlorhydrique (5.3) et ($2 \pm 0,1$) ml de solution d'iodure de potassium et d'acide ascorbique (5.9), puis remplir avec de l'eau (5.2) jusqu'au trait.

Cette solution est stable pendant un mois.

5.11.1.3 Solution étalon d'arsenic C, $\rho[As(III)] = 100$ µg/l.

Mesurer avec une pipette ($1 \pm 0,01$) ml de solution étalon d'arsenic B (5.11.1.2) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter ($30 \pm 0,5$) ml d'acide chlorhydrique (5.3) et ($2 \pm 0,1$) ml de solution d'iodure de potassium et d'acide ascorbique (5.9), puis remplir avec de l'eau (5.2) jusqu'au trait.

Cette solution est stable pendant une semaine.

5.11.1.4 Solution mère d'arsenic D, $\rho[\text{As(V)}] = 1\ 000\ \text{mg/l}$.

Dissoudre $(1\,000 \pm 0,002)$ g de poudre d'arsenic pur dans $(10 \pm 0,1)$ ml d'acide nitrique concentré (5.8).

Chauffer la solution jusqu'à ébullition et faire évaporer l'acide nitrique en excès.

Exécuter ce mode opératoire avec précaution sous la hotte chimique.

Refroidir puis récupérer l'oxyde d'arsenic(V) hydraté avec $(50 \pm 0,5)$ ml d'acide chlorhydrique froid (5.3).

Transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et remplir d'eau (5.2) jusqu'au trait.

Cet étalon doit être utilisé pour préparer un étalon d'arsenic(V) approprié afin de vérifier le taux de récupération de l'arsenic(V). En cas de suspicion de présence d'arsenic(V) dans les échantillons, utiliser cet étalon pour vérifier la récupération de cet analyte.

La solution est stable pendant au moins six mois.

NOTE Si d'autres solutions mères sont disponibles, elles peuvent être utilisées dans la mesure où l'incertitude du mesurage n'est pas compromise.

5.11.1.5 Solutions d'étalonnage d'arsenic.

Utiliser au minimum cinq solutions d'étalonnage indépendantes. Réaliser l'étalonnage comme spécifié dans l'ISO 8466-1.

Préparer au minimum cinq solutions d'étalonnage d'arsenic à partir de la solution étalon d'arsenic C (5.11.1.3) couvrant le domaine de travail (des concentrations d'arsenic) attendues.

Pour la plage opératoire de 1 $\mu\text{g/l}$ à 5 $\mu\text{g/l}$, par exemple, procéder comme suit.

Mesurer avec une pipette respectivement $(1 \pm 0,01)$ ml, $(2 \pm 0,02)$ ml, $(3 \pm 0,03)$ ml, $(4 \pm 0,04)$ ml et $(5 \pm 0,05)$ ml de solution étalon d'arsenic C (5.11.1.3) dans cinq fioles jaugées de 100 ml.

Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (5.3) et 2 ml de solution d'iodure de potassium et d'acide ascorbique (5.9).

Diluer avec de l'eau (5.2) pour obtenir 100 ml de solution et mélanger vigoureusement.

Laisser reposer la solution pendant au moins 2 h avant de l'utiliser afin de s'assurer de la réduction quantitative de l'arsenic(V) en arsenic(III).

Ces solutions d'étalonnage contiennent respectivement 1 $\mu\text{g/l}$, 2 $\mu\text{g/l}$, 3 $\mu\text{g/l}$, 4 $\mu\text{g/l}$ et 5 $\mu\text{g/l}$ d'arsenic.

Elles doivent être préparées le jour de l'utilisation.

L'utilisation de pipettes à piston est autorisée et permet de préparer des volumes plus faibles de solutions d'étalonnage. Il est également permis d'utiliser des diluteurs.

Une fois qu'un profil d'étalonnage bien établi a été confirmé, le nombre d'étalons couramment utilisés peut être réduit. Toute modification de ce genre ne doit pas affecter le résultat obtenu suite aux essais ou le classement de l'échantillon par rapport à d'autres.

5.11.2 Solutions d'antimoine (solutions étalons, mères et d'étalonnage).

5.11.2.1 Solution mère d'antimoine A, $\rho[\text{Sb(III)}] = 1\ 000\ \text{mg/l}$.

Utiliser une solution mère quantitative ayant une teneur traçable en antimoine(III) de $(1\ 000 \pm 2)$ mg/l.

Cette solution est considérée comme stable pendant au moins un an.