

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**5961**

Deuxième édition  
1994-01-15

Corrigée et réimprimée  
1996-02-15

---

---

**Qualité de l'eau — Dosage du cadmium  
par spectrométrie d'absorption atomique**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Water quality — Determination of cadmium by atomic absorption  
spectrometry*

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5961:1994](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad1b5012-1cd5-4949-bd23-fcb9aa45233d/iso-5961-1994>



Numéro de référence  
ISO 5961:1994(F)

## 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 5961 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5961:1985), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1994

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

# Qualité de l'eau — Dosage du cadmium par spectrométrie d'absorption atomique

## Section 1: Généralités

### 1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes de dosage du cadmium: par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (section 2), et par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique (section 3).

concentration est comprise entre 0,3 µg/l et 3 µg/l. La gamme de concentration peut être étendue en diluant l'échantillon d'eau ou en utilisant de plus petits volumes de dosage. Le cadmium peut être dosé dans les boues et sédiments après une procédure adéquate de digestion.

#### 1.1.1 Dosage du cadmium dans une flamme air/acétylène

La méthode s'applique à l'analyse des eaux et des eaux usées pour des concentrations de cadmium comprises entre 0,05 mg/l et 1 mg/l. Un dosage à de plus fortes concentrations est possible par dilution de l'échantillon. La gamme de travail de cette méthode peut être étendue à de plus faibles concentrations en procédant à une évaporation minutieuse de l'échantillon, préalablement acidifié à l'aide d'acide nitrique. Le cadmium peut être déterminé dans les boues et sédiments après une procédure de digestion appropriée évitant la formation d'un précipité.

#### 1.1.2 Dosage du cadmium par atomisation électrothermique

La méthode permet de doser le cadmium dans l'eau. Avec un volume de dosage de 10 µl, la gamme de

### 1.2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

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

## Section 2: Dosage du cadmium par spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme air/acétylène

### 2.1 Interférences

Les éléments suivants n'interfèrent pas avec la méthode lorsque les concentrations en masse indiquées ci-après ne sont pas dépassées:

|           |             |
|-----------|-------------|
| Sulfate   | 10 000 mg/l |
| Chlorure  | 10 000 mg/l |
| Phosphate | 10 000 mg/l |
| Sodium    | 10 000 mg/l |
| Potassium | 10 000 mg/l |
| Magnésium | 10 000 mg/l |
| Calcium   | 3 000 mg/l  |
| Fer       | 3 000 mg/l  |
| Cuivre    | 10 000 mg/l |
| Nickel    | 3 000 mg/l  |
| Cobalt    | 10 000 mg/l |
| Plomb     | 10 000 mg/l |
| Silicium  | 1 000 mg/l  |
| Titane    | 3 000 mg/l  |

La salinité de la solution de mesure doit être inférieure à 15 g/l et la conductivité électrique inférieure à 20 000 mS/m. Les échantillons à effets de matrice incertains doivent être étudiés tout spécialement. Leur influence doit être compensée soit par dilution de l'échantillon, soit par la méthode des ajouts dosés (voir 3.6.2.2).

### 2.2 Principe

Aspiration de l'échantillon acidifié dans la flamme air/acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique. Mesure de la concentration en cadmium à une longueur d'onde de 228,8 nm.

### 2.3 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente. La teneur en cadmium de l'eau utilisée pour les essais à blanc et la préparation des solutions étalons doit être très faible (négligeable) par rapport à la concentration la plus faible à rechercher dans l'échantillon.

**2.3.1 Acide nitrique**,  $\rho = 1,40$  g/ml.

**2.3.2 Peroxyde d'hydrogène**,  
 $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$  (m/m).

**2.3.3 Solution mère de cadmium I**,  
 $\rho(\text{Cd}) = 1\,000$  mg/l.

Dissoudre dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 1,000 g  $\pm$  0,002 g de cadmium dans 10 ml d'acide nitrique (2.3.1) et 10 ml d'eau (voir 2.3). Compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans des flacons en verre borosilicaté ou en polyéthylène. La solution reste stable pendant un an.

Ou bien, utiliser une solution étalon de cadmium disponible dans le commerce et contenant 1,000 g/l  $\pm$  0,002 g/l de cadmium.

**2.3.4 Solution étalon de cadmium I**,  
 $\rho(\text{Cd}) = 10$  mg/l.

À l'aide d'une pipette, transférer 10 ml de la solution mère de cadmium (2.3.3) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 10 ml d'acide nitrique (2.3.1) et compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans des flacons en polyéthylène ou en verre borosilicaté. La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée à température ambiante.

NOTE 1 L'utilisation d'une micropipette permet de préparer une solution étalon de 100 ml.

### 2.3.5 Solutions d'étalonnage de cadmium

Préparer au moins cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en cadmium attendues.

Par exemple, procéder de la façon suivante pour la gamme de travail de 0,05 mg/l à 1,0 mg/l.

À l'aide d'une pipette, transférer, dans des fioles jaugées de 100 ml, respectivement, 0,5 ml, 2,0 ml, 4,0 ml, 6,0 ml, 8,0 ml et 10,0 ml de la solution étalon de cadmium (2.3.4).

Ajouter 1 ml d'acide nitrique (2.3.1) à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau, et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0,05 mg/l, 0,2 mg/l, 0,4 mg/l, 0,6 mg/l, 0,8 mg/l et 1,0 mg/l de cadmium.

### 2.3.6 Solution à blanc

À l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, 1 ml d'acide nitrique (2.3.1) et compléter au volume avec de l'eau (voir 2.3).

Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir 2.5.2).

### 2.3.7 Solution de réglage du zéro de l'appareil

Utiliser de l'eau (voir 2.3) pour régler le zéro de l'appareil. La solution à blanc (2.3.6) peut également être utilisée, à condition que sa concentration en cadmium soit négligeable.

## 2.4 Appareillage

Immédiatement avant utilisation, laver soigneusement toute la verrerie à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2 mol/l (par exemple, en laissant tremper 24 h). Puis, rincer abondamment à l'eau (voir 2.3). Vérifier, en effectuant des essais à blanc, que toutes les extrémités de pipettes et tous les récipients de plastique à usage unique sont exempts de toute contamination au cadmium (voir 2.6.1).

Matériel courant de laboratoire, et

**2.4.1 Spectromètre d'absorption atomique,** équipé d'un système de correction d'absorption non spécifique et d'une source lumineuse pour le dosage du cadmium, utilisé selon les instructions du fabricant.

**2.4.2 Réservoir d'air et d'acétylène.** Il est essentiel de respecter scrupuleusement les instructions de sécurité du fabricant. La pression résiduelle de gaz pour les réservoirs à acétylène doit être de  $5 \times 10^5$  Pa minimum.

**2.4.3 Brûleur air/acétylène.**

**2.4.4 Fioles jaugées,** de capacité 10 ml, 100 ml et 1 000 ml.

**2.4.5 Pipettes à un trait,** de capacité 1 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, 20 ml, 30 ml et 40 ml.

**2.4.6 Micropipettes ou dilueurs.**

**2.4.7 Bêchers,** de capacité 250 ml.

**2.4.8 Dispositif chauffant,** par exemple, plaque chauffante.

**2.4.9 Dispositif de filtration à membrane avec filtres,** de diamètre de pores 0,45  $\mu\text{m}$ , lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau.

## 2.5 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon

Voir ISO 5667-3.

### 2.5.1 Échantillonnage

Recueillir les échantillons dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

### 2.5.2 Prétraitement et préparation des solutions d'échantillons

#### 2.5.2.1 Prétraitement pour le dosage du cadmium dissous

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage (2.5.1) sur une membrane de diamètre de pore 0,45  $\mu\text{m}$ .

Pour stabiliser le filtrat, ajouter par exemple 10 ml d'acide nitrique (2.3.1) par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2. Si nécessaire, rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

#### 2.5.2.2 Prétraitement pour le dosage du cadmium après minéralisation

Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1 ml d'acide nitrique (2.3.1) par litre d'échantillon. Si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.

Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.

Introduire 100 ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250 ml. Ajouter 1 ml d'acide nitrique (2.3.1) et 1 ml de peroxyde d'hydrogène (2.3.2).

Chauffer le bécher sur une plaque chauffante afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5 ml.

Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec.

En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau, **rajouter du peroxyde d'hydrogène (Attention)**.

Dissoudre le résidu dans 1 ml d'acide nitrique (2.3.1) et un peu d'eau. Transférer dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Pour d'autres volumes d'échantillon, régler le matériel en conséquence et adapter les quantités de réactifs utilisées.

Il n'est pas nécessaire d'exécuter une digestion lorsque la quantité de cadmium peut être déterminée sans ce traitement. Acidifier alors simplement l'échantillon d'eau.

## 2.6 Mode opératoire

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique (2.4.1) selon les instructions du fabricant.

Optimiser les conditions de flamme.

Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil (2.3.7).

### 2.6.1 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc avec la solution (2.3.6), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnage et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau (voir 2.3).

### 2.6.2 Étalonnage

Pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage (2.3.5) par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.

Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro (2.3.7) après la mesure de chaque solution d'étalonnage.

### 2.6.3 Essais de contrôle

Poursuivre en mesurant la solution à blanc (2.6.1) et les solutions de mesure (2.5.2). Noter les absorbances.

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.

Lorsque la quantité de cadmium de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

## 2.7 Évaluation

### 2.7.1 Calcul

Établir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.

Calculer la concentration en masse  $\rho(\text{Cd})$  de cadmium, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation

$$\rho(\text{Cd}) = \frac{(A_1 - A_0) \times V_1}{b \times V_2}$$

où

$A_0$  est l'absorbance de la solution d'essai à blanc;

$A_1$  est l'absorbance de la solution de mesure;

$b$  est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme, selon 2.6.2;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de mesure;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

### 2.7.2 Expression des résultats

Arrondir les résultats à la valeur 0,01 mg/l la plus proche.

EXEMPLES

Cadmium (Cd): 0,07 mg/l

Cadmium (Cd): 0,41 mg/l

## 2.8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- une référence à la présente Norme internationale;
- identification complète de l'échantillon;
- expression des résultats, conformément à 2.7.2;

- conditions de prétraitement de l'échantillon, s'il y a lieu;
- tout écart par rapport à cette procédure et toute circonstance susceptible d'avoir affecté les résultats.

## 2.9 Fidélité

Voir tableau 1.

**Tableau 1 — Données de fidélité**

| Échantillon N°   | <i>l</i>   | <i>n</i> | <i>n<sub>a</sub></i> % | <i>x</i> mg/l | $\bar{x}$ mg/l | $\sigma_r$ mg/l | VC <sub>r</sub> %                                    | $\sigma_R$ mg/l | VC <sub>R</sub> % | WFR % | Convenant pour                 |
|--|--|----------|------------------------|---------------|----------------|-----------------|--|-----------------|-------------------|-------|--------------------------------|
| A <sup>1)</sup> 2)   | 23   | 63       | 0                      | 0,113         | 0,118          | 0,009 7         | 8,2  | 0,005 8         | 5,0               | 104,1 |                                |
| B <sup>1)</sup> 2)   | 23   | 60       | 5                      | 0,563         | 0,587          | 0,030 9         | 5,3  | 0,009 2         | 1,6               | 104,3 |                                |
| C <sup>1)</sup> 3)   | 23   | 63       | 0                      | 0,968         | 1,008          | 0,073 3         | 7,3  | 0,012 1         | 1,2               | 104,1 |                                |
|  |  |          | %                      | μg/l          | μg/l           | μg/l            | %  | μg/l            | %                 | %     |                                |
| D <sup>4)</sup> 2)   | 52   | 133      | 2                      | 0,91          | 1,292          | 0,319 6         | 24,7   | 0,083 0         | 6,4               | 141,9 | toutes méthodes <sup>5)</sup>  |
|  | 22   | 55       | 2                      | 0,91          | 1,148          | 0,270 4         | 23,5   | 0,048 3         | 4,2               | 126,2 | méthode correspondante 3.6.2.1 |
|  | 17   | 45       | 0                      | 0,91          | 1,363          | 0,356 8         | 26,2   | 0,115 9         | 8,5               | 149,8 | addition manuelle              |
|  | 13   | 31       | 11                     | 0,91          | 1,39           | 0,171 8         | 12,4   | 0,064 3         | 4,6               | 152,7 | addition automatique           |
| E <sup>4)</sup> 2)   | 52   | 136      | 0                      | 2,70          | 2,96           | 0,639 9         | 21,6   | 0,266 3         | 9,0               | 109,6 | toutes méthodes <sup>5)</sup>  |
|  | 22   | 56       | 0                      | 2,70          | 2,78           | 0,631 8         | 22,8   | 0,199 4         | 7,2               | 102,9 | méthode correspondante 3.6.2.1 |
|  | 17   | 40       | 11                     | 2,70          | 2,99           | 0,344 5         | 11,5   | 0,195 1         | 6,5               | 110,7 | addition manuelle              |
|  | 13   | 35       | 0                      | 2,70          | 3,22           | 0,559 2         | 17,4   | 0,158 3         | 4,9               | 119,2 | addition automatique           |
| F <sup>4)</sup> 6)   | 53   | 135      | 7                      | 16,2          | 18,34          | 3,348 7         | 18,3   | 1,420 8         | 7,7               | 113,2 | toutes méthodes <sup>5)</sup>  |
|  | 23   | 56       | 11                     | 16,2          | 17,14          | 2,232 8         | 13,0   | 0,756 7         | 4,4               | 105,8 | méthode correspondante 3.6.2.1 |
|  | 17   | 43       | 7                      | 16,2          | 18,33          | 3,969 7         | 21,7   | 1,497 6         | 8,2               | 113,1 | addition manuelle              |
|  | 13   | 33       | 8                      | 16,2          | 20,17          | 3,107 7         | 15,4   | 1,309 6         | 6,5               | 124,5 | addition automatique           |
| <i>l</i>   | est le nombre de laboratoires participant à l'essai; |          |                        |               |                | $\sigma_r$      | est l'écart-type de répétabilité;                    |                 |                   |       |                                |
| <i>n</i>   | est le nombre de valeurs obtenues;                   |          |                        |               |                | VC <sub>r</sub> | est le coefficient de variation de répétabilité;     |                 |                   |       |                                |
| <i>n<sub>a</sub></i>   | est le pourcentage de valeurs aberrantes;            |          |                        |               |                | $\sigma_R$      | est l'écart-type de reproductibilité;                |                 |                   |       |                                |
| <i>x</i>   | est la valeur exacte;                                |          |                        |               |                | VC <sub>R</sub> | est le coefficient de variation de reproductibilité; |                 |                   |       |                                |
| $\bar{x}$  | est la moyenne totale;                               |          |                        |               |                | WFR             | est le taux de récupération.                         |                 |                   |       |                                |
| 1) Méthode SAA dans une flamme air/acétylène.<br>2) Eau usée industrielle, à faible niveau de pollution.<br>3) C: eau potable, dopée.<br>4) Méthode SAA avec automatisation électrothermique.<br>5) «toutes méthodes» signifie que les essais aux ajouts manuels et aux ajouts automatiques sont calculés ensemble.<br>6) F: eau distillée, dopée. |  |          |                        |               |                |                 |  |                 |                   |       |                                |

## Section 3: Dosage du cadmium par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique

### 3.1 Interférences

Les éléments suivants n'interfèrent pas individuellement avec la méthode lorsque leur concentration en masse ne dépasse pas 100 mg/l: fer, cuivre, nickel, cobalt et plomb.

Aucune interférence n'a pu être observée jusqu'à des concentrations en masse de 1 000 mg/l pour le sodium, potassium, calcium, magnésium, sulfate et chlorure.

Des combinaisons des éléments précités, même à plus faibles concentrations, peuvent provoquer des diminutions ou des augmentations des signaux mesurés.

Certains autres éléments, lorsqu'ils se présentent à de faibles concentrations, sont susceptibles de provoquer des interférences. La méthode des ajouts dosés sera donc préférée à celle de l'étalonnage normal. Des échantillons d'effets de matrice incertains doivent être analysés en utilisant la méthode des ajouts dosés. Les absorbances causées par une absorption non spécifique peuvent être éliminées dans une large mesure en utilisant un système de correction d'absorption non spécifique.

### 3.2 Principe

Injection de l'échantillon acidifié dans un tube graphite, chauffé électriquement, du spectromètre d'absorption atomique avec atomisation électrothermique. Mesure de l'absorbance à une longueur d'onde de 228,8 nm. Si nécessaire, utilisation de la technique des ajouts dosés.

### 3.3 Réactifs

Les exigences relatives à la pureté des réactifs sont données en 2.3.

#### 3.3.1 Acide nitrique, $\rho = 1,40$ g/ml.

#### 3.3.2 Peroxyde d'hydrogène, $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30$ % (m/m).

#### 3.3.3 Solution mère de cadmium I, $\rho(\text{Cd}) = 1\ 000$ mg/l.

Voir 2.3.3.

#### 3.3.4 Solution mère de cadmium II,

$\rho(\text{Cd}) = 10$  mg/l.

Voir 2.3.4.

#### 3.3.5 Solution étalon de cadmium II,

$\rho(\text{Cd}) = 100$  µg/l

À l'aide d'une pipette, transférer 10 ml de la solution mère de cadmium II (3.3.4) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 10 ml d'acide nitrique (3.3.1) et compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène ou en verre borosilicaté. Préparer la solution immédiatement avant l'emploi.

#### 3.3.6 Solution étalon de cadmium III,

$\rho(\text{Cd}) = 5$  µg/l

À l'aide d'une pipette, transférer 50 ml de la solution étalon de cadmium II (3.3.5) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 10 ml d'acide nitrique (3.3.1) et compléter au volume avec de l'eau (voir 2.3).

Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène ou en verre borosilicaté. Préparer la solution immédiatement avant l'emploi.

### 3.3.7 Solutions d'étalonnage de cadmium

Préparer au moins cinq solutions d'étalonnage à l'aide de la solution étalon de cadmium II (3.3.5) et en respectant les concentrations de cadmium attendues.

Par exemple, procéder de la façon suivante pour la gamme de travail de 0,3 µg/l à 3 µg/l.

À l'aide d'une pipette, transférer dans les fioles jaugées de 100 ml, respectivement 0,3 ml, 1,0 ml, 1,7 ml, 2,4 ml et 3,0 ml de la solution étalon de cadmium II (3.3.5).

Ajouter 1 ml d'acide nitrique (3.3.1) à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0,3 µg/l; 1,0 µg/l; 1,7 µg/l; 2,4 µg/l; 3,0 µg/l de cadmium. Préparer les solutions d'étalonnage juste avant l'emploi.

### 3.3.8 Solution à blanc

À l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, 1 ml d'acide nitrique (3.3.1) et compléter au volume avec de l'eau.

Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir 2.5.2).

### 3.3.9 Solution de réglage du zéro de l'appareil

Utiliser de l'eau (voir 2.3) pour régler le zéro de l'appareil. La solution à blanc (3.3.8) peut également être utilisée, à condition que sa concentration en cadmium soit négligeable.

### 3.3.10 Solution de modificateur de matrice (voir [2] en annexe A)

Dissoudre 1,0 g de poudre de palladium dans 3 ml d'acide nitrique (2.3.1) et 20 ml d'acide chlorhydrique,  $\rho = 1,19$  g/ml, tout en chauffant légèrement, et diluer à 100 ml avec de l'eau.

Dissoudre 10 g de nitrate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) dans de l'eau et diluer à 100 ml avec de l'eau.

#### 3.3.10.1 Solution pour les eaux fortement salines

Mélanger des volumes égaux de la solution de palladium et de la solution de nitrate d'ammonium (voir 3.3.10).

10  $\mu\text{l}$  de cette solution contiennent 50  $\mu\text{g}$  de Pd et 500  $\mu\text{g}$  de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ .

#### 3.3.10.2 Solution pour les eaux faiblement polluées

Mélanger 15 ml de la solution de palladium et 15 ml de la solution de nitrate d'ammonium dans une fiole de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau.

10  $\mu\text{l}$  de cette solution contiennent 15  $\mu\text{g}$  de Pd et 150  $\mu\text{g}$  de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ .

## 3.4 Appareillage

Pour nettoyer la verrerie, voir 2.4.

Matériel courant de laboratoire, et

**3.4.1 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'un système de correction non spécifique et d'une source de radiation pour le dosage du cadmium.

**3.4.2 Four graphite**, avec ensemble de commandes.

**3.4.3 Tube graphite avec revêtement pyrolytique et plate-forme.**

NOTE 2 Les tubes normaux peuvent être utilisés lorsque aucune interférence n'est suspectée.

**3.4.4 Réservoir d'argon.**

**3.4.5 Autre appareillage** (voir 2.4).

NOTE 3 Pour une précision maximale, il est recommandé d'utiliser un injecteur automatique d'échantillons.

## 3.5 Échantillonnage et prétraitement des échantillons

Procéder comme décrit en 2.5.

## 3.6 Mode opératoire

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique (3.4.1) selon les instructions du fabricant.

Régler le zéro du spectromètre en utilisant la solution du point zéro (3.3.9).

### 3.6.1 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnage et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau.

### 3.6.2 Étalonnage et dosage

Avant chaque série de dosages, préparer à partir de la solution étalon de cadmium II (3.3.5) au moins cinq solutions d'étalonnage couvrant la gamme de concentrations à déterminer.

#### 3.6.2.1 Mesures directes

Les mesures directes sont autorisées seulement lorsque les influences de la matrice traitées en 3.1 peuvent être négligées. Sinon, appliquer la méthode des ajouts dosés comme indiqué en 3.6.2.2.

Mesurer les absorbances ou absorbances intégrées (surfaces des pics) des solutions d'étalonnage (3.3.7), des solutions à blanc (3.3.8), et des solutions de mesure (voir 2.5.2), selon les instructions du fabricant de l'instrument.