
Norme internationale



7980

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Qualité de l'eau — Dosage du calcium et du magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

Water quality — Determination of calcium and magnesium — Atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1986-05-01

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7980:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb0f918e-4c3e-4a5d-9e84-5bc3125cea38/iso-7980-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb0f918e-4c3e-4a5d-9e84-5bc3125cea38/iso-7980-1986>

CDU 543.3 : 543.422 : 546.41 : 546.46

Réf. n° : ISO 7980-1986 (F)

Descripteurs : eau, qualité, analyse chimique, dosage, calcium, magnésium, méthode spectrochimique.

Prix basé sur 3 pages

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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7980 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

ISO 7980:1986

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Qualité de l'eau — Dosage du calcium et du magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du calcium et du magnésium dissous par spectrométrie d'absorption atomique.

Elle est applicable à l'analyse des eaux brutes et des eaux de boisson et peut être utilisée directement pour des eaux contenant jusqu'à 50 mg/l de calcium et 5 mg/l de magnésium. Pour des échantillons de plus forte concentration en calcium et en magnésium, un plus petit volume de l'échantillon doit être prélevé pour l'analyse.

Lorsqu'on utilise une flamme air/acétylène et le facteur de dilution 1 à 10, comme décrit en 6.1, la gamme optimale est de 3 à 50 mg/l pour le calcium et de 0,9 à 5 mg/l pour le magnésium.

2 Principe

Dosage par spectrométrie d'absorption atomique après ajout de chlorure de lanthane (si une flamme acétylène/air est utilisée) ou de chlorure de césium (si une flamme monoxyde de diazote/acétylène est utilisée) pour réduire les interférences. Pour le calcium, l'absorbance est mesurée à 422,7 nm et pour le magnésium à 285,2 nm.

3 Réactifs et matériaux

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de qualité équivalente (des solutions prêtes à l'emploi, disponibles dans le commerce, peuvent être utilisées).

3.1 Acide chlorhydrique (HCl), $\rho = 1,18$ g/ml.

3.2 Acide chlorhydrique (HCl), 0,1 mol/l.

Diluer 8 ml d'acide chlorhydrique (3.1) à 1 litre.

3.3 Chlorure de lanthane (LaCl₃), solution à 20 g de La par litre.

Dans une fiole jaugée de 1 litre, ajouter 24 g d'oxyde de lanthane (La₂O₃) (qualité pour spectrométrie d'absorption atomique). Ajouter lentement et avec précaution, 50 ml d'acide chlorhydrique (3.1), en agitant pour dissoudre l'oxyde de lanthane. Diluer au trait repère avec de l'eau.

3.4 Chlorure de césium (CsCl), solution à 20 g de Cs par litre.

Dissoudre 25 g de chlorure de césium dans 1 litre d'acide chlorhydrique (3.2).

3.5 Calcium, solution mère à 1 000 mg/l.

Sécher une portion de carbonate de calcium (CaCO₃) à 180 °C pendant 1 h et laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser $2,50 \pm 0,01$ g du matériau séché et les mettre en suspension dans 100 ml d'eau. Ajouter lentement la quantité d'acide chlorhydrique (3.2) juste nécessaire pour dissoudre le carbonate de calcium (approximativement 250 ml). Porter à ébullition quelques instants pour éliminer le dioxyde de carbone dissous, puis refroidir. Transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au trait repère avec de l'acide chlorhydrique (3.2).

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène ou en polypropylène.

3.6 Magnésium, solution mère à 1 000 mg/l.

Sécher une portion d'oxyde de magnésium (MgO) à 180 °C pendant 1 h. Peser $1,66 \pm 0,01$ g et dissoudre dans de l'acide chlorhydrique (3.2). Diluer à 1 000 ml avec cet acide dans une fiole jaugée.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène.

3.7 Calcium-magnésium, solution étalon correspondant à 20 mg de Ca et à 2 mg de Mg par litre.

À l'aide de pipettes, transférer 20,0 ml de la solution mère de calcium (3.5) et 2,0 ml de la solution mère de magnésium (3.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au trait repère avec l'acide chlorhydrique (3.2).

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

Spectromètre d'absorption atomique, installé et mis en route selon les instructions du constructeur, équipé d'un brûleur approprié pour une flamme acétylène/air ou pour une flamme acétylène/monoxyde de diazote et d'une lampe à cathode creuse pour le dosage du calcium et du magnésium.

NOTES

1 Nettoyer toute la verrerie avec de l'acide chlorhydrique dilué (1 + 1) chaud et rincer à l'eau.

2 Le choix de la flamme à utiliser est laissé à l'utilisateur de la présente Norme internationale. Il faut souligner que la flamme acétylène/monoxyde de diazote est préférable pour les échantillons à forte teneur en matière dissoute ou qui contiennent des phosphates, des sulfates, de l'aluminium ou de la silice. En général, la flamme acétylène/monoxyde de diazote devrait être employée de préférence si la composition de l'échantillon est complexe ou inconnue.

5 Échantillonnage

Les échantillons doivent être prélevés dans des bouteilles en polyéthylène ou en polypropylène, propres puis acidifiés, dès que possible, après leur prélèvement, avec 8 ml d'acide chlorhydrique (3.1), afin de réduire le pH et d'éviter la précipitation de carbonate de calcium. Les échantillons doivent être analysés le plus tôt possible après leur prélèvement.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation des échantillons pour essais

Les échantillons contenant des matières particulaires après acidification doivent être filtrés pour éviter le colmatage du brûleur et du nébuliseur.

Préparer un nombre suffisant de fioles jaugées de 100 ml. Dans chacune d'elles, ajouter 10 ml de la solution de chlorure de lanthane (3.3), si une flamme acétylène/air est utilisée, ou 10 ml de la solution de chlorure de césium (3.4), si une flamme acétylène/monoxyde de diazote est utilisée.

À l'aide d'une pipette, ajouter 10,0 ml de l'échantillon et compléter au volume avec de l'acide chlorhydrique (3.2).

Si les concentrations de calcium ou de magnésium dans l'échantillon original sont supérieures à la gamme indiquée dans le tableau 2, utiliser un volume d'échantillon approprié plus petit.

6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en utilisant les mêmes réactifs, avec les mêmes quantités et en suivant le même mode opératoire, mais en remplaçant le volume de l'échantillon pour essai utilisé en 6.1 par un volume identique d'eau.

6.3 Préparation de la gamme d'étalonnage

Ajouter 10 ml de solution de chlorure de lanthane (3.3) dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, si une flamme acétylène/air est utilisée, ou 10 ml d'une solution de chlorure de césium (3.4), si une flamme acétylène/monoxyde de diazote est utilisée.

À l'aide de pipettes, ajouter 0; 2,5; 5; 10; 15; 20 et 25 ml de la solution étalon de calcium-magnésium (3.7) et diluer au repère avec l'acide chlorhydrique (3.2).

Les solutions d'étalonnage auront les concentrations indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1 — Concentration des solutions d'étalonnage

Volume de la solution étalon de Ca-Mg (ml)	0	2,5	5	10	15	20	25
Concentration en calcium (mg/l)	0	0,5	1	2	3	4	5
Concentration en magnésium (mg/l)	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5

NOTE — Ces concentrations s'appliquent quand une flamme acétylène/air est utilisée. Pour une flamme monoxyde de diazote/acétylène, il peut être nécessaire d'utiliser d'autres concentrations.

Tableau 2 — Longueurs d'onde et gammes de concentrations optimales

		Calcium	Magnésium
Longueur d'onde (nm)		422,7	285,2
Concentration en élément à doser (mg/l)	Flamme acétylène/air	3 à 50	0,9 à 5
	Flamme acétylène/monoxyde de diazote	2 à 20	0,2 à 2

6.4 Étalonnage et détermination

Effectuer les mesures aux longueurs d'onde indiquées dans le tableau 2.

Aspirer les solutions d'étalonnage et de l'essai à blanc dans un ordre aléatoire en aspirant une solution de l'acide chlorhydrique (3.2) entre chaque. Établir des courbes d'étalonnage pour le calcium et le magnésium à partir des absorbances mesurées en fonction des concentrations en calcium et en magnésium. Il est essentiel que la courbe d'étalonnage soit linéaire pour les gammes de concentrations indiquées précédemment. Si elle n'est pas linéaire, rechercher les sources d'erreur et y remédier puis répéter l'étalonnage.

Aspirer les solutions d'essai, en aspirant de l'acide chlorhydrique (3.2) entre chaque solution, et déterminer les absorbances.

NOTES

- 1 Il est de bonne pratique de vérifier la pente des courbes d'étalonnage à intervalles réguliers (par exemple, tous les 10 échantillons).
- 2 Lorsqu'on utilise une flamme acétylène/air, l'interférence des composés réfractaires contenant des phosphates, des sulfates, de l'aluminium ou de la silice est minimisée par l'ajout de chlorure de lanthane. Lorsqu'on utilise une flamme acétylène/monoxyde de diazote, les effets d'ionisation sont minimisés par l'ajout de chlorure de césium.

7 Expression des résultats

7.1 Calcul

Déduire de la courbe d'étalonnage les concentrations réelles de calcium et de magnésium dans les solutions d'essai et dans l'essai à blanc. À partir de ces valeurs, calculer les concentrations en calcium et en magnésium de l'échantillon initial, en tenant compte du volume d'acide chlorhydrique utilisé pour l'acidification, du volume de l'échantillon prélevé (normalement, 10 ml), du volume total de la fiole jaugée (100 ml) et de la valeur de l'essai à blanc, comme suit.

Les concentrations en masse en calcium, $\rho_{Ca,1}$, et en magnésium, $\rho_{Mg,1}$, exprimées en milligrammes par litre, sont données par les équations

$$\rho_{Ca,1} = \rho_{Ca,2} \frac{fV_1}{V_0}$$

$$\rho_{Mg,1} = \rho_{Mg,2} \frac{fV_1}{V_0}$$

où

$\rho_{Ca,2}$ est la concentration en calcium, en milligrammes par litre, calculée à partir de la courbe d'étalonnage, en tenant compte de la valeur de l'essai à blanc;

$\rho_{Mg,2}$ est la concentration en magnésium, en milligrammes par litre, calculée à partir de la courbe d'étalonnage, en tenant compte de la valeur de l'essai à blanc;

f est le facteur de dilution correspondant à l'addition d'acide chlorhydrique (3.1) à l'échantillon pour l'essai (normalement, 1,008, voir chapitre 5);

V_0 est le volume, en millilitres, de l'échantillon initial (normalement, 10 ml) prélevé pour l'analyse;

V_1 est le volume, en millilitres, de la fiole jaugée indiquée en 6.1 (100 ml).

Si le résultat doit être exprimé en unités de quantité de matière, c'est-à-dire en millimoles par litre, utiliser les équations

$$c_{Ca} = \frac{\rho_{Ca,1}}{40,1}$$

$$c_{Mg} = \frac{\rho_{Mg,1}}{24,3}$$

Exprimer les résultats au milligramme près ou à 0,02 millimole près.

7.2 Fidélité

Dans un seul laboratoire utilisant des concentrations en calcium dans l'eau distillée de 9,0 et 36 mg/l, les écarts-types ont été respectivement de 0,3 et 0,6 mg/l. On atteint à ces deux niveaux dans 99 % des cas.

Dans un essai interlaboratoire avec 30 laboratoires participants, quatre eaux de concentration en calcium entre 100 et 300 mg/l et de concentration en magnésium entre 7 et 85 mg/l ont été analysées. Les coefficients de variations s'étendaient de 3,5 à 4,6 % pour le calcium et de 2,9 à 6,9 % pour le magnésium.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les informations suivantes :

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) la date et le lieu d'essai;
- c) l'identification précise de l'échantillon;
- d) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- e) toute modification du mode opératoire ou tout autre incident susceptible d'avoir agi sur les résultats.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7980:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb0f918e-4c3e-4a5d-9e84-5bc3125cea38/iso-7980-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7980:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb0f918e-4c3e-4a5d-9e84-5bc3125cea38/iso-7980-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7980:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb0f918e-4c3e-4a5d-9e84-5bc3125cea38/iso-7980-1986>