

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9174

Première édition
1990-04-15

**Qualité de l'eau — Dosage du chrome total —
Méthodes par spectrométrie d'absorption
atomique**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Water quality — Determination of total chromium — Atomic absorption
spectrometric methods*
(standards.iteh.ai)

ISO 9170:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2ca33017-2ae2-44bd-9191-5de3e4126066/iso-9170-1990>



Numéro de référence
ISO 9174:1990(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 9174 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

[ISO 9170:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2ca33017-2ae2-44bd-9191-5de3e4126066/iso-9170-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2ca33017-2ae2-44bd-9191-5de3e4126066/iso-9170-1990>

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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

Introduction

Le chrome peut être présent dans l'eau aux degrés d'oxydation III et VI. Les deux méthodes décrites déterminent le chrome total à l'ensemble des degrés d'oxydation, soit en tant que chrome soluble en milieu acide, soit en tant que chrome soluble selon le prétraitement de l'échantillon. Le choix de la méthode est fonction de la concentration en chrome dans l'eau à analyser.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 9170:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2ca33017-2ae2-44bd-9191-5de3e4126066/iso-9170-1990>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9170:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2ca33017-2ae2-44bd-9191-5de3e4126066/iso-9170-1990>

Qualité de l'eau — Dosage du chrome total — Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique

Section 1: Généralités

1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour le dosage du chrome total dans l'eau par spectrométrie d'absorption atomique. Les deux méthodes sont traitées dans des sections distinctes, comme suit:

Section 2: Méthode A pour le dosage du chrome total par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.

Section 3: Méthode B pour le dosage du chrome total par spectrométrie d'absorption atomique par atomisation électrothermique.

La méthode A s'applique au dosage des eaux et des eaux résiduelles à des concentrations en chrome comprises dans une gamme de 0,5 mg/l à 20 mg/l. Lorsque la concentration est inférieure à 0,5 mg/l, le dosage peut être effectué après avoir évaporé avec soin un échantillon acidifié à faible volume, tout en prenant soin d'éviter la formation d'un précipité.

IMPORTANT — L'évaporation augmentera l'effet des substances interférentes et par conséquent pour les concentrations inférieures à 0,1 mg/l, on utilisera la méthode B.

Voir l'article 2.7 en ce qui concerne les interférences.

La méthode B s'applique au dosage des eaux et des eaux résiduelles à des concentrations en chrome comprises dans une gamme de 5 µg/l à 100 µg/l en injectant un volume d'échantillons de 20 µg/l. Elle est applicable à des concentrations plus élevées en opérant sur de plus petit volume d'échantillon.

Voir l'article 3.7 en ce qui concerne les interférences.

1.2 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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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 5667-2:1982, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.*

ISO 5667-3:1985, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

Section 2: Méthode A — Dosage du chrome total par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme

2.1 Principe

La méthode est basée sur le mesurage de la concentration en chrome de l'échantillon acidifié dans une flamme oxyde d'azote/acétylène. Le mesurage s'effectue à une longueur d'onde de 357,9 nm. Pour diminuer les interférences de la matrice, on ajoute du lanthane.

2.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Utiliser de l'eau déminéralisée ou de l'eau distillée provenant d'un récipient en verre. L'eau utilisée pour les essais à blanc et pour la préparation des réactifs et des solutions étalons doit avoir une concentration en chrome qui est négligeable en comparaison avec les concentrations les plus faibles à analyser dans les échantillons.

2.2.1 Acide chlorhydrique, $\rho \approx 1,18$ g/ml.

2.2.2 Acide nitrique, $\rho \approx 1,42$ g/ml.

2.2.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 1,5$ mol/l.

Ajouter 100 ml d'acide nitrique (2.2.2) à 600 ml d'eau et diluer à 1 000 ml.

2.2.4 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m).

2.2.5 Chlorure de lanthane (LaCl_3), solution contenant 20 g de La par litre.

Dissoudre 23,5 g d'oxyde de lanthane, La_2O_3 , dans 200 ml d'acide chlorhydrique (2.2.1); diluer à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

ATTENTION — Des précautions appropriées doivent être prises en préparant cette solution, la réaction de La_2O_3 avec HCl étant fortement exothermique.

2.2.6 Solutions de chrome

2.2.6.1 Chrome, solution mère contenant 1,000 g de Cr par litre.

Faire sécher une partie du dichromate de potassium ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) à $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ pendant 2 h. Laisser refroidir et dissoudre 2,825 g $\pm 0,001$ g de dichromate de potassium séché dans de l'eau. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (2.2.2) et diluer avec de l'eau à 1 000 ml dans une fiole jaugée à un trait.

1 ml de cette solution étalon contient 1,00 mg de Cr.

Stocker cette solution dans des récipients soit en polyéthylène, soit en verre borosilicaté à température ambiante. La solution est stable à température ambiante pendant 1 an si elle est stockée à l'obscurité et à un pH de 1 à 2.

NOTE 1 Des solutions étalons mères de chrome sont disponibles dans le commerce.

2.2.6.2 Chrome, solution étalon contenant 50 μg de Cr par millilitre.

Introduire au moyen d'une pipette 50 ml de la solution mère de chrome (2.2.6.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Ajouter 1 ml de l'acide nitrique (2.2.2), diluer avec de l'eau jusqu'au trait et mélanger.

Stocker cette solution dans des récipients soit en polyéthylène, soit en verre borosilicaté à température ambiante. La solution est stable à température ambiante pendant 1 mois si elle est stockée à l'obscurité et à un pH de 1 à 2.

2.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

2.3.1 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'une lampe à cathode creuse pour le chrome et d'un brûleur oxyde d'azote/acétylène; les instructions du fabricant doivent être suivies pour régler tous les paramètres de l'appareil.

ATTENTION — Lors de l'utilisation de la flamme oxyde d'azote/acétylène, il est indispensable de respecter à la lettre les prescriptions de sécurité du fabricant.

2.3.2 Verrerie.

Avant utilisation, tremper soigneusement toute la verrerie pendant 24 h dans de l'acide nitrique à 10 % (2.2.3), puis rincer complètement avec de l'eau.

IMPORTANT — Ne pas utiliser de la verrerie qui a été nettoyée avec de l'acide chronique.

2.3.3 Membranes filtrantes, d'un diamètre moyen de pore de 0,45 μm , lavées soigneusement à l'acide nitrique (2.2.3) et rincées à l'eau (voir article 2.2).

2.4 Prélèvement d'échantillons et préparation des prises d'essai

2.4.1 Prélever des échantillons dans des récipients en polyéthylène ou en verre borosilicaté, ces derniers ayant été nettoyés au préalable dans de l'acide nitrique (2.2.3) et ensuite rincés à l'eau.

2.4.2 Chrome soluble en milieu acide

2.4.2.1 Immédiatement après le prélèvement, traiter les échantillons en ajoutant une quantité suffisante d'acide nitrique (2.2.2) pour ajuster le pH à une valeur comprise entre 1 et 2.

2.4.2.2 À 90 ml de l'échantillon acidifié, ou à une autre partie aliquote appropriée selon la concentration présumée, ajouter 1 ml de peroxyde d'hydrogène (2.2.4) et 1 ml d'acide nitrique (2.2.2). Porter à ébullition et évaporer à environ 50 ml.

IMPORTANT — Il est indispensable que l'échantillon ne soit pas réduit jusqu'à sec.

2.4.2.3 À la solution évaporée, ajouter 10 ml d'acide nitrique (2.2.3). Transférer la solution dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml. Introduire au moyen d'une pipette 10 ml de la solution de lanthane (2.2.5) dans la fiole; diluer jusqu'au trait avec de l'eau (voir article 2.2) et mélanger.

2.4.3 Chrome soluble

2.4.3.1 Filtrer l'échantillon, dès que possible après le prélèvement, sur une membrane filtrante (2.3.3) et acidifier le filtrat immédiatement avec de l'acide nitrique (2.2.2) pour obtenir un pH situé entre 1 et 2.

2.4.3.2 Introduire au moyen d'une pipette 10 ml de la solution de chlorure de lanthane (2.2.5) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml et compléter jusqu'au trait avec le filtrat acidifié (2.4.3.1), ou une autre partie aliquote appropriée selon la concentration attendue, et mélanger.

2.5 Mode opératoire

2.5.1 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage, en utilisant les mêmes réactifs avec les mêmes quantités que pour les prélèvements et le dosage, et en suivant le même mode opératoire, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau (voir article 2.2).

2.5.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Avant chaque série de dosages, préparer à partir de la solution étalon de chrome (2.2.6.2) au moins cinq solutions d'étalonnage couvrant une gamme de concentrations à déterminer comme suit: introduire au moyen d'une pipette 1,00 ml, 2,00 ml, 5,00 ml, 10,00 ml et 20,00 ml de la solution étalon de chrome (2.2.6.2) dans une série de fioles jaugées à un trait de 100 ml. Ajouter à chaque fiole 2 ml d'acide nitrique (2.2.2) et 10 ml de la solution de lanthane (2.2.5) et diluer jusqu'au trait avec de l'eau et mélanger. Ces solutions correspondent respectivement à des concentrations en chrome de 0,5 mg/l; 1 mg/l; 2,5 mg/l; 5 mg/l et 10 mg/l.

2.5.3 Étalonnage

Régler l'appareil selon les instructions du fabricant ($\lambda = 357,9 \text{ nm}$) en utilisant une flamme oxyde d'azote/acétylène.

Aspirer une solution d'étalonnage (2.5.2) et optimiser l'aspiration ainsi que la flamme. Régler la réponse de l'appareil de mesure au zéro d'absorbance avec l'eau.

Aspirer le jeu de solutions d'étalonnage (2.5.2) et, comme terme zéro, la solution d'essai à blanc (voir 2.5.1). Tracer une courbe en portant, par exemple, les concentrations en chrome des solutions d'étalonnage, en milligrammes par litre, en abscisses, et les valeurs correspondantes de l'absorbance, en ordonnées.

2.5.4 Mesurage de la prise d'essai

Aspirer la prise préparée (2.4.2 ou 2.4.3) dans la flamme et mesurer l'absorbance en chrome. Après chaque mesure aspirer de l'eau (voir article 2.2) et remettre l'appareil à zéro si nécessaire.

2.6 Expression des résultats

2.6.1 Par référence à la courbe d'étalonnage (voir 2.5.3), déterminer la concentration en chrome correspondant aux absorbances de la solution d'essai (2.5.4) et de la solution d'essai à blanc (voir 2.5.1). Calculer la concentration en chrome de l'échantillon, exprimée en milligrammes par litre, par la formule

$$\rho(\text{Cr})_1 - \rho(\text{Cr})_0 \times \frac{100}{V}$$

où

$\rho(\text{Cr})_1$ est la concentration en chrome, en milligrammes par litre, correspondant à l'absorbance de la prise d'essai.

$\rho(\text{Cr})_0$ est la concentration en chrome, en milligrammes par litre, correspondant à l'absorbance de la solution d'essai à blanc.

V est le volume, en millilitres, de l'échantillon acidifié prélevé pour l'analyse.

2.6.2 Fidélité

Un essai interlaboratoire réalisé en 1984 a conduit aux résultats suivants:

Type d'échantillon	l	n	x_s	\bar{x}	y	σ_r	VC_r	σ_R	VC_R
Solution étalon	11	43	15,0	14,64	97,5	0,084	0,6	0,798	5,5
Eau dopée à la concentration	14	56	2,0	2,06	103,0	0,053	2,6	0,218	10,6

où

- l est le nombre de laboratoires;
- n est le nombre d'échantillons (hors résultats aberrants);
- x_s est la concentration des échantillons, en milligrammes par litre;
- \bar{x} est la moyenne générale, en milligrammes par litre;
- y est le taux de recouvrement, exprimé en pourcentage;
- σ_r est l'écart-type de répétabilité, en milligrammes par litre;
- VC_r est le coefficient de variation de répétabilité, exprimé en pourcentage;
- σ_R est l'écart-type de reproductibilité, en milligrammes par litre;
- VC_R est le coefficient de variation de reproductibilité, en milligrammes par litre.

2.7 Interférences

Les ions suivants ont été contrôlés et il a été démontré qu'ils n'interfèrent pas en dessous des concentrations indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1

Ion	Concentration mg/l	Ion	Concentration mg/l
Sulfate	10 000	Fer	500
Chlorure	12 000	Nickel	100
Sodium	9 000	Cuivre	100
Potassium	9 000	Cobalt	100
Magnésium	2 000	Aluminium	100
Calcium	2 000	Zinc	100

Le résidu sec total de l'échantillon d'eau ne doit pas dépasser 15 g/l et sa conductivité doit être inférieure à 20 mS/cm.

NOTE 2 L'effet des interférences éventuelles peut être déterminé en analysant des échantillons dopés avec du chrome et diverses concentrations de la substance potentiellement interférente en utilisant la méthode des ajouts dosés.

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9170:1990

2.8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) identification complète de l'échantillon;
- d) toute autre information utile sur la procédure utilisée.

Section 3: Méthode B — Dosage du chrome total par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique

3.1 Principe

Le chrome est dosé directement dans des échantillons acidifiés par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique. L'échantillon est injecté dans un tube en graphite chauffé électriquement et l'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 357,9 nm. Si nécessaire, la technique des ajouts dosés peut être employée.

3.2 Réactifs

3.2.1 Voir article 2.2.

3.2.2 **Chrome**, solution étalon contenant 0,5 µg de Cr par millilitre.

Introduire au moyen d'une pipette 10 ml de la solution étalon de chrome (2.2.6.2) dans une fiole jaugée à un trait de 1000 ml; ajouter 10 ml d'acide nitrique (2.2.2) et diluer jusqu'au trait avec de l'eau.

Stocker dans un flacon en polyéthylène à température ambiante. Cette solution est stable pendant au moins un mois.

3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.3.1 **Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'une source d'atomisation électrothermique, d'une lampe à cathode creuse pour le chrome et d'un dispositif pour la correction de l'absorbance non spécifique.

3.3.2 Tubes d'atomisation.

Ces tubes varieront selon le type d'instrument utilisé, mais avant utilisation ils doivent être enduits pyrolytiquement et préconditionnés, suivant les instructions du fabricant.

NOTE 3 Il est permis d'utiliser une plate-forme L'vov.

3.3.3 Système d'injection automatique ou microseringue, d'un volume approprié

Pour obtenir une bonne fidélité, un système d'injection automatique est nécessaire.

3.4 Prélèvement d'échantillons et préparation des prises d'essai

Suivre une des procédures décrites dans l'article 2.4, mais supprimer la solution de lanthane.

IMPORTANT — Du fait des très bas niveaux de chrome à analyser, il est important de prendre des précautions particulières pour éviter toute contamination à tous les stades de l'échantillonnage et de l'analyse.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage, en utilisant les mêmes réactifs avec les mêmes quantités, et en suivant le même mode opératoire, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau.

3.5.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Avant chaque série de dosages, préparer à partir de la solution étalon de chrome (3.2.2) au moins cinq solutions d'étalonnage couvrant une gamme de concentrations à déterminer. Utiliser comme terme zéro la solution d'essai à blanc (voir 3.5.1). La linéarité de la courbe d'étalonnage dépendra du type d'appareil de mesure utilisé. Par conséquent, vérifier la linéarité de la courbe avant utilisation. Si le tracé de la courbe d'étalonnage dévie de façon significative de la linéarité, utiliser comme solution étalon la plus élevée, celle avec la plus forte concentration sur la portion linéaire de la courbe d'étalonnage et la gamme des concentrations de la méthode doit être ajustée en conséquence.

Par exemple, pour couvrir la gamme comprise entre 5 µg/l et 25 µg/l de chrome, introduire au moyen d'une pipette 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml et 5 ml de la solution étalon de chrome (3.2.2) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml et ajouter 1 ml d'acide nitrique (2.2.2) à chacune des fioles. Diluer jusqu'au trait avec de l'eau et mélanger. Ces solutions contiennent respectivement 5 µg/l, 10 µg/l, 15 µg/l, 20 µg/l et 25 µg/l de Cr. Préparer ces solutions juste avant utilisation.

3.5.3 Étalonnage et dosage

Régler l'appareil suivant les instructions du fabricant.

3.5.3.1 Mesurage direct

Injecter dans le tube d'atomisation (3.3.2) un volume de solution étalon (3.5.2) suffisamment important pour obtenir une réponse satisfaisante sur l'appareil utilisé (voir note 1).

À l'aide d'un appareil automatique de prélèvement ou d'une seringue (3.3.3), injecter la solution d'essai à blanc (voir 3.5.2) et les solutions d'étalonnage (3.5.2). Mesurer la réponse de l'appareil en utilisant la surface des pics (ou en variante la hauteur des pics) et tracer une courbe d'étalonnage comme il est décrit en 2.5.3.

Injecter la prise d'essai (2.4.2 ou 2.4.3) et mesurer la réponse en déterminant la surface des pics (ou la hauteur des pics). Effectuer chaque dosage en double.

NOTES

4 Un volume de prise d'essai approprié se situe en général dans la gamme 5 µl – 30 µl. Le même volume doit être utilisé pour tous les échantillons, toutes les solutions étalons et les solutions d'essai à blanc.

5 Un certain nombre de modificateurs de matrice a été proposé pour cette détermination. La plupart des fabricants recommandent des modificateurs appropriés pour cet appareillage.

3.5.3.2 Mode opératoire utilisant la méthode des ajouts dosés

Lorsque des interférences dues à la matrice sont suspectées, le recours à cette procédure peut être envisagé.

Introduire au moyen d'une pipette 5 ml de la prise d'essai prétraitée (2.4.2 ou 2.4.3) dans une série de quatre fioles jaugées à un trait de 10 ml. Ajouter à chaque fiole 0,5 ml d'acide nitrique (2.2.2).

Introduire au moyen d'une pipette dans chacune des fioles successivement 0,0 ml, 0,10 ml, 0,30 ml et 0,60 ml de la solution étalon de chrome (3.2.2). Compléter jusqu'au trait avec de l'eau et mélanger.

Mesurer l'absorbance de chaque solution en double en suivant le mode opératoire utilisé en 3.5.3.1.

3.6 Expression des résultats

3.6.1 Si l'on démontre l'absence d'interférences (article 3.7), déterminer la concentration en chrome à partir de la courbe d'étalonnage correspondant à la surface des pics (ou la hauteur des pics) de l'échantillon et de l'essai témoin à blanc comme décrit dans l'article 2.6.

3.6.2 Si la méthode des ajouts dosés (3.5.3.2) a été utilisée, tracer une courbe en portant les concentrations en chrome en abscisses, et les valeurs correspondantes de l'absorbance en ordonnées. Calculer la concentration en chrome des échantillons d'eau à partir de la valeur de l'interception négative sur l'abscisse, en tenant compte de la valeur à blanc et de toute dilution de l'échantillon au cours du prétraitement.

3.6.3 Fidélité

Un essai interlaboratoires réalisé en 1984 a conduit aux résultats suivants:

Type d'échantillon	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>x_s</i>	\bar{x}	<i>y</i>	σ_r	VC _r	σ_R	VC _R
Solution étalon	18	71	25,0	23,99	96,03	0,689	2,9	3,566	14,9
Eau dopée à la concentration de	18	72	10,0	10,94	109,4	0,690	6,2	4,045	37,0

où

- l* est le nombre de laboratoires;
- n* est le nombre d'échantillons (hors résultats aberrants);
- x_s* est la concentration des échantillons, en microgrammes par litre;
- \bar{x} est la moyenne générale, en microgrammes par litre;
- y* est le taux de recouvrement, en microgrammes par litre;
- σ_r est l'écart-type de répétabilité, en microgrammes par litre;
- VC_r est le coefficient de variation de répétabilité, exprimé en pourcentage;
- σ_R est l'écart-type de reproductibilité, en microgrammes par litre;
- VC_R est le coefficient de variation de reproductibilité, en microgrammes par litre.

3.7 Interférences

Déterminer l'effet d'éventuelles substances interférentes en analysant des échantillons dopés avec du chrome et avec diverses concentrations des substances potentiellement interférentes.

3.8 Rapport d'essai

Voir article 2.8.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9170:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2ca33017-2ae2-44bd-9191-5de3e4126066/iso-9170-1990>