

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9390

Première édition
1990-09-01

**Qualité de l'eau — Dosage du borate —
Méthode spectrométrique à l'azométhine-H**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Water quality — Determination of borate — Spectrometric method using
azomethine-H*
(standards.iteh.ai)

ISO 9390:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a732dd8-2120-49a1-bec6-6fa7b9659f96/iso-9390-1990>



Numéro de référence
ISO 9390:1990(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 9390 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

[ISO 9390:1990](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a732dd8-2120-49a1-bec6-6fa7b9659f96/iso-9390-1990>

© 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

La concentration en borate naturel des eaux souterraines et des eaux superficielles est faible. Du fait que les composés de borate sont des ingrédients de produits de lavage domestiques, la teneur en borate des eaux superficielles peut être augmentée de façon significative du fait des rejets d'eaux usées.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9390:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a732dd8-2120-49a1-becc6-6fa7b9659f96/iso-9390-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a732dd8-2120-49a1-becc6-6fa7b9659f96/iso-9390-1990>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9390:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a732dd8-2120-49a1-bec6-6fa7b9659f96/iso-9390-1990>

Qualité de l'eau — Dosage du borate — Méthode spectrométrique à l'azométhine-H

1 Domaine d'application

1.1 Applicabilité

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrométrique pour le dosage de borate dans l'eau. La méthode est applicable au dosage du borate aux concentrations comprises entre 0,01 mg et 1 mg de bore par litre. Le domaine de travail peut être étendu par dilution.

Cette méthode est applicable aux eaux de boisson, ainsi qu'aux eaux souterraines, aux eaux superficielles et aux eaux salines qui ne sont pas excessivement polluées.

1.2 Interférences

Lors de l'analyse de l'eau potable, il est peu probable qu'il y ait des interférences. On sait que Mg, Zn, Ca, Na, K, phosphate, sulfate et nitrate n'interfèrent pas. Mn, Zr, Cr, Ti, Cu, V, Al, Be et Fe peuvent, par contre, entraîner des résultats élevés.

Si les échantillons contiennent des substances colorées, de l'acide humique ou des substances non dissoutes, on peut les éliminer au moyen de procédés appropriés (par exemple, destruction de la couleur, filtration sur colonne remplie de charbon actif).

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

3 Principe

Réaction de l'azométhine-H, qui est le produit de condensation de l'acide H (8-amino-naphth-1-ol-3,6-acide pyrosulfurique) et de l'aldéhyde salicylique, en présence des formes dissoutes de borate à un pH d'environ 6. Il se forme alors un complexe jaune qui est mesuré spectrométriquement l'absorption maximale située dans la gamme de 410 nm à 420 nm (voir également 7.1).

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente, conservée dans des bouteilles en polyéthylène.

4.1 Azométhine-H, solution.

Dissoudre 1,0 g de sel de sodium d'azométhine-H [8-N-(2-hydroxybenzylidène)-amino-naphthyl-1-ol-3,6-acide pyrosulfurique]¹⁾ ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$) et 3,0 g de L+ - acide ascorbique ($C_6H_8O_6$) dans de l'eau et diluer à 100 ml dans une fiole jaugée à un trait.

Cette solution reste stable pendant à peu près une semaine lorsqu'elle est stockée dans un flacon de polyéthylène à une température comprise entre 4 °C et 6 °C.

1) Nom IUPAC.

4.2 Solution tampon, pH = 5,9.

Mélanger 250 g d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$), 250 ml d'eau, 80 ml d'acide sulfurique (H_2SO_4) ($\rho = 1,21 \text{ g/ml}$), 5 ml d'acide phosphorique (H_3PO_4) ($\rho = 1,71 \text{ g/ml}$), 1,0 g d'acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) et 1,0 g de sel disodique de l'acide éthylènediaminetétraacétique ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en agitant et en procédant à un chauffage modéré.

4.3 Solution de réactifs.

Mélanger des volumes égaux des réactifs 4.1 et 4.2. Préparer cette solution le jour même de son utilisation et la conserver dans un flacon de polyéthylène.

4.4 Borate, solution mère correspondant à 1,0 g de B par litre.

Dissoudre 5,719 g d'acide borique (H_3BO_3) dans 1000 ml d'eau.

Stocker dans un flacon en polyéthylène.

1 ml de cette solution tampon contient 1,0 mg de borate, exprimé comme B.

4.5 Bore, solution étalon 1, correspondant à 10,0 mg de B par litre.

Diluer 10 ml de la solution mère de borate (4.4) à 1000 ml, avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 10,0 μg de bore, exprimé comme B.

4.6 Bore, solution étalon 2, correspondant à 1,0 mg de B par litre.

Diluer 10 ml de la solution 1 de borate (4.5) à 100 ml, avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 1,0 μg de bore, exprimé comme B.

4.7 Hydroxyde de calcium [$\text{Ca}(\text{OH})_2$].

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, en polypropylène, polyéthylène ou polytétrafluoroéthylène, selon le cas, et

Spectromètre, convenant pour effectuer des mesures à une longueur d'onde comprise entre 410 nm et 420 nm, équipé de cuves de parcours optique compris entre 10 mm et 50 mm.

6 Échantillonnage

Prélever les échantillons en évitant d'utiliser des flacons borosilicatés. Préserver les échantillons comme décrit dans l'ISO 5667-3.

7 Mode opératoire

7.1 Dosage

Transférer 25,0 ml de l'échantillon, ou une plus faible quantité de l'échantillon diluée à 25 ml avec de l'eau distillée dans un flacon en polyéthylène de 100 ml. Ajouter 10 ml de réactif à l'azométhine-H (4.1). Mélanger et laisser reposer pendant 2 h à l'obscurité, à une température de $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$; ensuite mesurer l'absorbance à l'absorption maximale située dans la gamme de longueurs d'onde comprise entre 410 nm et 420 nm, contre de l'eau distillée, dans une cuve de parcours optique de 10 mm, en utilisant le spectromètre réglé conformément aux instructions du fabricant, et après réglage au zéro avec de l'eau distillée dans la cuve. En variante, utiliser une cuve de 50 mm de parcours optique pour de faibles concentrations en bore, d'environ 0,2 mg de bore par litre. Vérifier la longueur d'onde de l'absorption maximale lorsqu'on utilise un nouveau lot de réactifs.

NOTE 1 La durée de la réaction peut être diminuée en maintenant l'échantillon traité à une température de $30 \text{ }^\circ\text{C}$. Dans ce cas, l'échantillon, les essais à blanc et les essais d'étaonnage seront traités de la même manière, du fait que le développement de la couleur change avec la température.

7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en traitant 25 ml d'eau comme décrit en 7.1. S'assurer que la valeur du blanc se situe dans la plage d'unités d'absorption comprise entre 0,1 et 0,17 par 10 mm; si l'absorption est plus élevée, contrôler les réactifs et l'eau distillée quant à leur teneur en borate.

NOTE 2 Le mode opératoire suivant peut être utilisé pour contrôler la qualité des réactifs et de l'eau distillée.

Mesurer dans trois béchers séparés, exempts de borate (de préférence en polytétrafluoroéthylène) des aliquotes de 25 ml, 100 ml et 250 ml de l'eau distillée. Rendre chaque portion légèrement alcaline par addition, à chacune, de la même quantité (par exemple, 200 mg) d'hydroxyde de calcium (4.7). Évaporer les aliquotes de 100 ml et 250 ml à un volume juste inférieur à 25 ml et ajuster leurs volumes exactement à 25 ml par addition d'un peu d'eau distillée, si nécessaire. Mettre en œuvre le mode opératoire donné en 7.1 sur ces aliquotes.

Effectuer un dosage à blanc sur chacune de ces aliquotes. Si on constate la présence de borate dans l'eau distillée, le borate trouvé augmente proportionnellement au volume de l'aliquote prélevée. Des résultats irréguliers indiquent une contamination externe de borate. Des

résultats relativement élevés, mais constants, indiquent des réactifs impurs.

7.3 Prévention de la contamination

Du fait que le borate est présent partout dans l'environnement, il se peut qu'il se produise une grave contamination lors de l'analyse des traces.

On doit prendre en considération les sources de contamination suivantes, ainsi que les remèdes proposés.

La verrerie de laboratoire est généralement fabriquée à partir de verre borosilicaté. On trouve néanmoins du verre spécial résistant à la chaleur et exempt de bore mais, pour des travaux de routine, on peut utiliser pour des solutions acides, de la verrerie en verre borosilicaté ancien, bien rincée avec de l'acide chlorhydrique; par contre, ne jamais l'utiliser pour des solutions neutres ou alcalines, ou bien pour un stockage prolongé à un pH quelconque. (De la verrerie borosilicatée utilisée préalablement avec des solutions alcalines ne doit être employée qu'après avoir été rincée soigneusement avec de l'acide.) Utiliser de préférence des flacons en polyéthylène et des pipettes en matière plastique.

Tout produit de lavage (détergent) et tout savon utilisé pour laver la verrerie et les blouses de laboratoire doivent être exempts de borate et, pour le séchage, éviter l'utilisation de serviettes et de papier mousseline.

Les produits de toilette, le talc et les cosmétiques portés par les techniciens contiennent parfois du borate; il faut éviter de les porter ou bien les enlever, surtout avant de procéder à des dosages précis de faible concentration.

L'eau et les réactifs peuvent contenir du bore et, de ce fait, on doit au moins répéter les essais témoins pour s'assurer que ceux-ci concordent.

7.4 Étalonnage

7.4.1 Courbe d'étalonnage de 0,00 mg/l à 0,20 mg/l de bore

À une série de six fioles jaugées à un trait, en matière plastique, ajouter, respectivement, 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml et 5 ml de la solution étalon de bore (4.6), diluer au trait repère avec de l'eau distillée et mélanger. Ceci donne des concentrations, respectivement, de 0 mg; 0,04 mg; 0,08 mg; 0,12 mg; 0,16 mg et 0,20 mg de bore par litre. Analyser chaque solution étalon comme décrit en 7.1, en mesurant les valeurs d'absorbance dans une cuve de

50 mm de parcours optique, comparativement à l'eau distillée. Préparer une courbe d'étalonnage en portant les valeurs d'absorbance par rapport aux concentrations connues, en milligrammes de bore par litre, pour chaque étalon.

7.4.2 Courbe d'étalonnage de 0,00 mg/l à 1,00 mg/l de bore

Répéter l'étalonnage précité en utilisant, respectivement, 0 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml et 25 ml de solution étalon de bore (4.6) pour avoir des concentrations, respectivement, de 0 mg; 0,2 mg; 0,4 mg; 0,6 mg; 0,8 mg et 1,0 mg de bore par litre. Analyser chaque solution étalon comme décrit en 7.1 mais, cette fois, en mesurant les valeurs d'absorbance en utilisant une cuve de 10 mm de parcours optique, comparativement à l'eau distillée. Préparer une courbe d'étalonnage séparée.

7.4.3 Calcul du facteur f

Il est essentiel d'obtenir dans les deux cas une courbe d'étalonnage linéaire; dans le cas contraire, contrôler les solutions et répéter l'étalonnage. Calculer la valeur inverse pour la pente, à savoir, le facteur f , pour chaque courbe.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

Calculer la concentration en borate en milligrammes de bore par litre, par la formule

$$\frac{(A_1 - A_0) f V_{1 \max}}{V_1}$$

où

- A_1 est l'absorbance de l'échantillon;
- A_0 est l'absorbance de l'essai à blanc;
- V_1 est le volume, en millilitres, de l'échantillon;
- $V_{1 \max}$ est le volume maximum, en millilitres, de l'échantillon;
- f est le facteur d'étalonnage, déterminé à partir de la courbe d'étalonnage (valeur inverse de la pente, en milligrammes de bore par litre).

8.2 Fidélité

Un essai interlaboratoire, effectué en République Fédérale d'Allemagne, a donné pour le bore, les valeurs indiquées dans la tableau 1.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) toute information nécessaire à l'identification complète de l'échantillon;
- c) le résultat et le mode d'expression utilisé;
- d) tout détail concernant l'élimination des interférences, le cas échéant;
- e) détails de toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou considérée comme facultative, ou de tout autre incident susceptible d'avoir agi sur les résultats.

Tableau 1 — Données de fidélité

Échantillon	l	n	Aberrant	x	\bar{x}	WFR	σ_r	VC_r	σ_R	VC_R
			%	mg/l	mg/l	%	mg/l	%	mg/l	%
Solution étalon	20	76	14,6	0,25	0,234	93,5	0,027	11,4	0,014	5,9
Eau de surface	19	71	20	—	0,151	—	0,019	12,3	0,008	5,6
Eau minérale	20	75	15,7	—	0,050	—	0,036	7,2	0,015	3,0
Effluent d'une installation de clarification biologique	19	74	16,9	—	1,060	—	0,069	6,5	0,035	3,3

où

l est le nombre de laboratoires;

n est le nombre de valeurs;

x est la valeur vraie;

\bar{x} est la valeur moyenne;

WFR est le taux de recouvrement;

σ_r est l'écart-type de répétabilité;

VC_r est le coefficient de variation de répétabilité;

σ_R est l'écart-type de reproductibilité;

VC_R est le coefficient de variation de reproductibilité.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9390:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a732dd8-2120-49a1-bec6-6fa7b9659f96/iso-9390-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a732dd8-2120-49a1-bec6-6fa7b9659f96/iso-9390-1990>

CDU 614.777:556.114:543.42:546.27

Descripteurs: eau, qualité, analyse chimique, dosage, bore, méthode spectrométrique.

Prix basé sur 4 pages