

NORME INTERNATIONALE

ISO
9964-2

Première édition
1993-05-01

Qualité de l'eau — Dosage du sodium et du potassium —

Partie 2:

Dosage du potassium par spectrométrie
d'absorption atomique

ISO 9964-2:1993
Water quality — Determination of sodium and potassium —
Part 2: Determination of potassium by atomic absorption spectrometry

PROTIVIL

ISO



Numéro de référence
ISO 9964-2:1993(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 9964-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f05bfa4-73b3-482f-8d80-66913234061c/iso-9964-2-1993>

L'ISO 9964 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Dosage du sodium et du potassium*:

- *Partie 1: Dosage du sodium par spectrométrie d'absorption atomique*
- *Partie 2: Dosage du potassium par spectrométrie d'absorption atomique*
- *Partie 3: Dosage du sodium et du potassium par spectrométrie d'émission de flamme*

© ISO 1993

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

Qualité de l'eau — Dosage du sodium et du potassium —

Partie 2:

Dosage du potassium par spectrométrie d'absorption atomique

1 Domaine d'application

1.1 Applicabilité

La présente partie de l'ISO 9964 prescrit une méthode de dosage du potassium dissous, par spectrométrie d'absorption atomique de flamme. Elle est applicable à l'analyse des eaux brutes et des eaux potables.

La méthode s'applique aux échantillons d'eau dont la concentration est comprise entre 5 mg/l et 10 mg/l. Cet intervalle peut être étendu à des limites plus faibles ou plus élevées si on choisit des facteurs de dilution différents du facteur de dilution spécifié à l'article 8.

1.2 Interférences

Les ions normalement présents dans les eaux potables et les eaux brutes n'interfèrent pas avec le dosage du potassium par spectrométrie d'absorption atomique.

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 partie de l'ISO 9964. 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 partie de l'ISO 9964 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 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.*

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.*

3 Principe

Addition, à l'échantillon, d'une solution de chlorure de césium servant de suppresseur d'ionisation. Aspiration directe de l'échantillon dans la flamme d'air/acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique. Mesure de l'absorbance à une longueur d'onde de 766,5 nm.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau déionisée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) \approx 11 \text{ mol/l}$,
 $\rho = 1,18 \text{ g/ml}$.

4.2 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) \approx 16 \text{ mol/l}$,
 $\rho = 1,41 \text{ g/ml}$.

4.3 Chlorure de césium, (CsCl), solution.

Dissoudre 25 g de chlorure de césium dans une solution de 50 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et de 450 ml d'eau, et diluer avec de l'eau jusqu'à 1 litre.

1 litre de cette solution contient environ 20 g de Cs.

NOTE 1 Au lieu d'acide chlorhydrique (4.1), on peut utiliser de l'acide nitrique (4.2).

4.4 Potassium, solution mère.

Dissoudre dans l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, $1,907 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ de chlorure de potassium (séché pendant au moins 1 h à $140^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$).

Compléter au trait repère avec de l'eau.

Conservée dans un flacon en polyéthylène, la solution est stable pendant au moins 6 mois.

1 litre de cette solution contient 1 000 mg de K.

En variante, utiliser une solution prête à l'emploi, du commerce.

4.5 Potassium, solution étalon.

À l'aide d'une pipette, transvaser 10 ml de la solution mère de potassium (4.4) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au trait repère avec de l'eau.

La solution doit être fraîchement préparée chaque fois qu'on en a besoin.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de K.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, monté et utilisé conformément aux instructions du fabricant, équipé d'un brûleur assurant une flamme d'air/acétylène, d'une lampe à cathode creuse pour le dosage du potassium et d'un photomultiplicateur compatible sensible au rouge.

Il est recommandé d'utiliser une largeur de bande spectrale de $< 0,3 \text{ nm}$.

Toute la verrerie doit être en verre borosilicaté.

Nettoyer la verrerie et les flacons en polyéthylène en les immergeant dans une solution aqueuse à 10 % (V/V) d'acide nitrique (4.2), cette opération étant suivie d'un rinçage approfondi à l'eau. L'appareillage ne sera utilisé que dans cette méthode.

6 Échantillonnage

Prélever les échantillons dans des flacons en polyéthylène propres. Voir l'ISO 5667-1 et l'ISO 5667-2. Il n'est généralement pas nécessaire de conserver les échantillons par acidification.

NOTE 2 Si d'autres analyses de métaux doivent être effectuées sur les échantillons, on peut conserver ces der-

niers par addition d'acide chlorhydrique (4.1) ou d'acide nitrique (4.2) pour avoir un pH d'environ 1. Tous les échantillons, étalons et blancs devront contenir la même concentration et le même type d'acide.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des échantillons d'essai pour présentation au spectromètre

7.1.1 Filtrer les échantillons contenant des matières particulaires, sur un filtre lavé par un acide, d'ouverture de pores de $0,45 \mu\text{m}$, pour éviter un colmatage du pulvérisateur et du brûleur.

NOTE 3 Au lieu d'une filtration, on peut utiliser une centrifugeuse pour éliminer les matières particulaires.

7.1.2 Prendre autant de fioles jaugées de 100 ml qu'il est nécessaire, compte tenu du nombre d'échantillons analysés. Introduire dans chacune d'elles 10 ml de la solution de chlorure de césium (4.3).

7.1.3 À l'aide d'une pipette, ajouter 10 ml de l'échantillon et compléter au repère avec de l'eau. Si la concentration de la solution d'essai ne se trouve pas dans l'intervalle optimal de 0,1 mg/l à 1,0 mg/l de K, ajuster en conséquence le volume de l'échantillon.

7.2 Préparation de la gamme d'étalonnage

Introduire 10 ml de la solution de chlorure de césium dans chaque fiole d'une série de fioles jaugées de 100 ml.

À l'aide de pipettes, introduire dans la série de fioles, 0 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 4,0 ml; 6,0 ml et 10,0 ml de la solution étalon de potassium (4.5) et compléter chaque fiole au repère avec de l'eau.

Les solutions d'étalonnage auront alors respectivement les concentrations suivantes: 0 mg/l; 0,1 mg/l; 0,2 mg/l; 0,4 mg/l; 0,6 mg/l et 1,0 mg/l.

7.3 Étalonnage et dosage

7.3.1 Monter le spectromètre conformément aux instructions du fabricant, en aspirant une solution d'étalonnage (7.2). Optimiser les conditions d'aspiration et de flamme (vitesse d'aspiration, nature de la flamme, position du faisceau optique dans la flamme). Ajuster la réponse de l'instrument à une absorbance zéro avec de l'eau.

7.3.2 Aspirer les solutions d'étalonnage (7.2), en prévoyant une aspiration d'eau entre chaque aspiration. Mesurer l'absorbance à 766,5 nm. Préparer une courbe d'étalonnage en portant en ordonnées les absorbances observées et en abscisses les concentrations de potassium.

À partir de la courbe, calculer la pente b , en litres par milligramme.

NOTE 4 La courbe d'étalonnage est normalement linéaire pour les concentrations comprises dans l'intervalle de 0,1 mg/l à 1,0 mg/l.

7.3.3 Aspirer les échantillons d'essai (7.1), en prévoyant entre chaque aspiration une aspiration d'eau, et déterminer l'absorbance.

7.3.4 Effectuer un dosage à blanc avec chaque lot d'échantillons, en appliquant le même mode opératoire et en utilisant de l'eau à la place de l'échantillon.

NOTE 5 Il est de bonne pratique de contrôler périodiquement (par exemple tous les 10 échantillons) la pente de la courbe d'étalonnage.

8 Calcul et expression des résultats

8.1 Utilisation de la courbe d'étalonnage

Lire les concentrations du potassium dans les solutions d'essai sur la courbe d'étalonnage. À partir de ces concentrations, calculer la concentration en potassium dans l'échantillon d'essai, en prenant en compte le volume de l'échantillon d'essai utilisé (normalement 10 ml) et le volume total de la fiole jaugée (100 ml).

8.2 Mode de calcul

Si la courbe d'étalonnage est linéaire, calculer la concentration en masse du potassium, ρ_K , dans l'échantillon, en milligrammes par litre, au moyen de l'équation suivante:

$$\rho_K = \frac{(A - A_0) \cdot V_m}{V_p \cdot b} \quad \dots (1)$$

où

A est l'absorbance de l'échantillon;

A_0 est l'absorbance du blanc;

V_m est le volume, en millilitres, de la solution d'essai (normalement 10 ml);

V_p est le volume, en millilitres, de la fiole jaugée (100 ml);

b est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme.

Si nécessaire, exprimer la concentration de la substance, c_K , en millimoles par litre, au moyen de l'équation suivante:

$$c_K = \frac{\rho_K}{39,1} \quad \dots (2)$$

Si la courbe d'étalonnage n'est pas linéaire, procéder comme décrit en 8.1.

8.3 Fidélité

Un essai interlaboratoire, effectué en automne 1991, en utilisant cette méthode, a donné les résultats indiqués au tableau 1.

Tableau 1 — Données de fidélité

Tableau 1 : Données de l'essai								
Échantillon ¹⁾	l	n	n_a %	$\bar{x}$ mg/l	σ_r mg/l	VC_r %	σ_R mg/l	VC_R %
A	10	27	10	0,99	0,058 1	5,9	0,041 1	4,2
B	10	30	0	5,72	0,227 9	4,0	0,096 1	1,7
C	10	30	0	6,71	0,239 7	3,6	0,138 7	2,1
l	est le nombre de laboratoires			σ_r	est l'écart-type de répétabilité absolu			
n	est le nombre de valeurs			VC_r	est l'écart-type de répétabilité relatif			
n_a	est le pourcentage d'éliminations			σ_R	est l'écart-type de reproductibilité absolu			
$\bar{x}$	est la moyenne arithmétique			VC_R	est l'écart-type de reproductibilité relatif			
1) A: Eau potable								
B: Eau de surface								
C: Eau résiduaire								

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 9964;
- b) une identification précise de l'échantillon;
- c) les résultats et la méthode utilisée pour les exprimer, conformément à l'article 8;
- d) tout écart par rapport au mode opératoire spécifié, et tout facteur susceptible d'avoir agi sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9964-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f05bfa4-73b3-482f-8d80-56f91f83dc04/iso-9964-2-1993>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9964-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f05bfa4-73b3-482f-8d80-56f91f83dc04/iso-9964-2-1993>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9964-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f05bfa4-73b3-482f-8d80-56f91f83dc04/iso-9964-2-1993>

CDU 614.777:556.114:543.42:546.32

Descripteurs: eau, qualité, essai des eaux, analyse chimique, dosage, potassium, méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 4 pages
