
**Qualité de l'eau — Dosage du sélénium —
Méthode par spectrométrie d'absorption
atomique (technique hydrure)**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Water quality — Determination of selenium — Atomic absorption
spectrometric method (hydride technique)*

ISO 9965:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7909c5fc-63ac-4d49-8dd0-7787712636e4/iso-9965-1993>



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 9965 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/7909c5fc-63ac-4d49-8dd0-7787712636e4/iso-9965-1993>

Qualité de l'eau — Dosage du sélénium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique (technique hydrure)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le dosage du sélénium et des composés organiques du sélénium dans les eaux potables, les eaux souterraines et les eaux de surface. La méthode est applicable aux teneurs en sélénium comprises entre 1 µg/l et 10 µg/l.

Des concentrations plus élevées peuvent être déterminées en procédant à une dilution appropriée de la prise d'essai.

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 5667-1:1980, *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.*

ISO 5667-3:—¹⁾, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

1) À publier. (Révision de l'ISO 5667-3:1985)

3 Principe

La méthode est basée sur le mesurage par absorption atomique du sélénium généré par la décomposition thermique de l'hydrure de sélénium.

Dans les conditions d'application de la présente méthode, conversion quantitative du sélénium(IV) uniquement en hydrure. Pour éviter toute erreur de dosage, conversion en sélénium(IV) des autres états d'oxydation avant le dosage.

Réduction du sélénium(IV) en dihydrure de sélénium gazeux (SeH₂), par réaction avec du tétrahydroborate de sodium dans un milieu d'acide chlorhydrique.

Détermination de l'absorbance à une longueur d'onde de 196,0 nm.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

Comparée à la plus faible concentration à doser, la teneur en sélénium de l'eau et des réactifs doit être négligeable.

4.1 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml.

4.2 Acide chlorhydrique, $\rho = 1,16$ g/ml.

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

4.4 Hydroxyde de sodium.

4.5 Tétrahydroborate de sodium, solution.

Dissoudre 1 g d'hydroxyde de sodium (4.4) dans environ 20 ml d'eau. Ajouter 3 g de tétrahydroborate de

sodium (NaBH_4). Compléter avec de l'eau jusqu'à 100 ml.

La solution doit être fraîchement préparée chaque jour.

4.6 Sélénium, solution mère, correspondant à 1 000 mg de Se par litre.

Introduire 1,405 3 g de dioxyde de sélénium dans une fiole jaugée de capacité nominale 1 000 ml. Ajouter 2 g d'hydroxyde de sodium (4.4) et dissoudre dans une petite quantité d'eau. Compléter au volume avec de l'eau.

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

4.7 Sélénium, solution étalon 1, correspondant à 10 mg de Se par litre.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution mère de sélénium (4.6) dans une fiole jaugée de capacité nominale 1 000 ml. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée pendant au moins 1 semaine.

4.8 Sélénium, solution étalon 2, correspondant à 0,1 mg de Se par litre.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon 1 de sélénium (4.7) dans une fiole jaugée de capacité nominale 1 000 ml. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée pendant au moins 1 semaine.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, muni d'un générateur d'hydrure, et d'une source de rayonnement appropriée convenant pour le dosage du sélénium, par exemple, une lampe luminescente à gaz ou une lampe à cathode creuse. Un dispositif de correction des bruits de fond peut s'avérer nécessaire.

5.2 Alimentation en gaz, argon ou azote.

5.3 Verrerie, à laver soigneusement, immédiatement avant toute utilisation, à l'acide nitrique dilué (par exemple, 2 mol/l) et chaud et à rincer à l'eau.

6 Échantillonnage

Prélever les échantillons conformément à l'ISO 5667-1 et à l'ISO 5667-2.

Les échantillons doivent être prélevés dans des flacons en polyéthylène ou en verre borosilicaté, préalablement lavés à l'acide nitrique (par exemple, à 2 mol/l) et rincés à l'eau.

Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) à chacune des prises d'essai de 1 000 ml.

Si le pH est supérieur à 2, ajouter davantage d'acide chlorhydrique, jusqu'à ce que le pH soit égal ou inférieur à 2.

Pour la conservation des échantillons, voir l'ISO 5667-3.

7 Mode opératoire

7.1 Solution d'essai à blanc

Introduire, à l'aide d'une pipette, 2 ml d'acide chlorhydrique (4.2) dans une fiole jaugée de capacité nominale 100 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Traiter le blanc de la même façon que décrite pour les échantillons.

7.2 Solutions d'étalonnage

À partir de la solution étalon 2 de sélénium (4.8), préparer au moins cinq solutions d'étalonnage couvrant la gamme des concentrations à doser.

Par exemple, pour la gamme comprise entre 1 $\mu\text{g/l}$ et 10 $\mu\text{g/l}$, introduire à l'aide d'une pipette 1 ml, 3 ml, 5 ml, 8 ml et 10 ml de la solution étalon 2 de sélénium (4.8) dans une série de fioles jaugées à un trait, de capacité 100 ml. Ajouter dans chaque fiole, 2 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et diluer au volume avec de l'eau. Ces solutions correspondent respectivement à une concentration en sélénium de 1 $\mu\text{g/l}$, 3 $\mu\text{g/l}$, 5 $\mu\text{g/l}$, 8 $\mu\text{g/l}$ et 10 $\mu\text{g/l}$.

Les solutions d'étalonnage doivent être fraîchement préparées chaque jour.

7.3 Traitement

Pour le dosage de la teneur en sélénium total, mettre en digestion les prises d'essai afin de décomposer les composés organiques du sélénium. Si l'expérience montre que le sélénium peut être récupéré quantitativement sans passer par la décomposition, l'étape de mise en digestion (7.3.1) peut être omise.

Introduire 50 ml de la prise d'essai dans un ballon à fond rond.

7.3.1 Méthode de digestion

Introduire 5 ml d'acide sulfurique (4.1) et 5 ml de peroxyde d'hydrogène (4.3) dans le ballon (voir 7.3).

Amener une source de chaleur, raccorder le ballon à un appareillage tel qu'indiqué à la figure 1. Fermer le robinet. Chauffer à ébullition et recueillir le condensat dans le réservoir de condensat.

Continuer à chauffer jusqu'à apparition des fumées d'acide sulfurique. Vérifier l'aspect de la prise d'essai. Si elle est trouble, presque incolore, refroidir et ajouter encore 5 ml de peroxyde d'hydrogène (4.3) et poursuivre l'ébullition comme décrit au paragraphe précédent.

Après refroidissement, retransvaser le condensat dans le ballon à fond rond.

NOTE 2 Veiller à ce que l'échantillon ne s'évapore jamais complètement à sec.

7.3.2 Réduction du Se(VI) en Se(IV)

Introduire 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) dans le ballon à fond rond.

Faire bouillir doucement au reflux pendant 15 min avec le robinet ouvert. Si, avant la fin de cette période, il n'y a pas de digestion et si l'échantillon renferme du chlore libre, chasser la solution avec de l'azote (environ 1 l/min pendant 15 min).

Refroidir la solution d'échantillon et la transvaser dans une fiole jaugée de capacité nominale 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

Traiter la solution d'essai à blanc (7.1) et les solutions d'étalonnage (7.2) de la même manière.

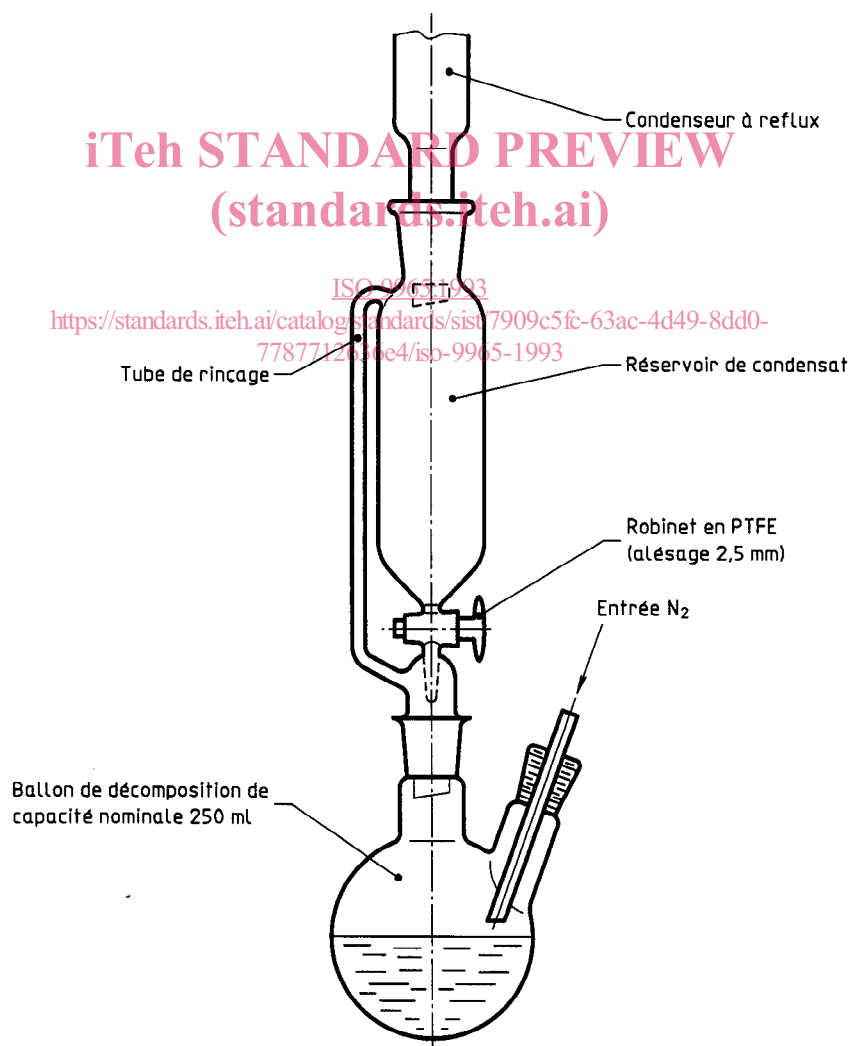


Figure 1 — Exemple d'appareil de décomposition

7.4 Étalonnage et dosage

En fonction du système d'hydrure utilisé, on peut employer des volumes inférieurs ou supérieurs à ceux cités ci-dessous. Cependant, les rapports de quantité définis doivent être maintenus.

Régler tous les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les indications du manuel d'emploi du fabricant de l'appareil (longueur d'onde: 196,0 nm) et régler la cellule d'absorption afin d'obtenir la transmission maximale.

Mesurer les solutions dans l'ordre suivant:

- la solution d'essai à blanc;
- les solutions d'étalonnage;
- les échantillons.

Faire passer un flux d'argon ou d'azote à travers le système et mettre l'appareil au zéro. Introduire dans l'appareil de réaction, par exemple, 20 ml de la solution réduite (voir 7.3).

Raccorder le récipient de réaction au générateur d'hydrure.

Faire passer de l'argon ou de l'azote à travers la solution jusqu'à ce que le signal d'absorption revienne à zéro.

Ajouter environ 5 ml de la solution de tétrahydroborate de sodium (4.5) et enregistrer le signal.

Tracer la courbe d'étalonnage en utilisant les valeurs obtenues avec les solutions d'essai à blanc et les solutions d'étalonnage.

Répéter le mesurage en utilisant des portions séparées de chaque solution.

NOTES

3 Il est de bonne pratique de vérifier de temps en temps les points de solutions d'essai à blanc et des solutions d'étalonnage.

4 Avec des nouveaux types d'échantillons, il est recommandé de vérifier la validité de la méthode en ajoutant dans un échantillon au moins un volume connu de sélénium. Si les essais de récupération s'avèrent non satisfaisants, la méthode des ajouts dosés doit être utilisée. Dans ce cas, la courbe d'étalonnage doit être linéaire.

8 Évaluation des résultats utilisant la méthode des gammes d'étalonnage

Obtenir la concentration en masse de sélénium en microgrammes par litre présents dans la solution d'essai basée sur l'absorbance et la fonction d'étalonnage.

Toutes les étapes de dilution doivent être prises en compte.

9 Expression des résultats

Exprimer les résultats avec deux chiffres significatifs et une décimale.

EXEMPLE

Sélénium (Se): 8 µg/l

Sélénium (Se): 32 µg/l

10 Fidélité

Des essais interlaboratoires, effectués en 1992, en utilisant une méthode pratiquement identique, ont fourni les valeurs indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1 — Données de fidélité

Échantillon N°	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>n_a</i> %	<i>x</i> µg/l	\bar{x} µg/l	σ_r µg/l	VC _r %	σ_R µg/l	VC _R %	WFR %
A	19	50	0	3,0	2,92	0,525	18,0	0,191	6,5	97,4
B	19	42	11	9,0	7,76	0,869	11,2	0,439	5,7	86,2

<i>l</i>	est le nombre de laboratoire;	σ_r	est l'écart-type de répétabilité;
<i>n</i>	est le nombre de valeurs obtenues;	VC _r	est le coefficient de variation de répétabilité;
<i>n_a</i>	est le pourcentage de valeurs aberrantes;	σ_R	est l'écart-type de reproductibilité;
<i>x</i>	est la valeur;	VC _R	est le coefficient de variation de reproductibilité;
\bar{x}	est la moyenne totale;	WFR	est le taux de récupération
A:	Eau potable		
B:	Eau résiduaire		

11 Interférences

Le tableau 2 donne des détails sur des interférents potentiels ayant subi une partie du procédé analytique. Les solutions pour les contrôles d'interférence ont été préparées soit à partir de réactifs solides, soit à partir de solutions concentrées des réactifs, de telle sorte que 500 ml de la solution renferme la masse annoncée d'autre substance et la masse annoncée de sélénium. Ensuite, les solutions ont subi l'étape de mesurage de la méthode et les résultats ont été exprimés sous forme d'effet sur la masse annoncée de sélénium.

En supposant qu'on mette en cendres, qu'on extrait et qu'on dilue des échantillons renfermant 250 mg de matières solides sèches jusqu'à obtention de l'équivalent de 500 ml, 100 mg de l'autre substance correspondraient à 40 % de l'autre substance dans l'échantillon solide et 250 mg correspondraient à

100 %; et 3,75 µg de Se correspondraient aux échantillons de matière solide renfermant 15 mg/kg de Se.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- identification de l'échantillon;
- prétraitement de l'échantillon;
- expression des résultats, conformément à l'article 9;
- détails de toutes opérations non comprises dans la présente Norme internationale et tout autre facteur susceptible d'avoir agi sur les résultats.

Tableau 2 — Effet d'autres substances sur le dosage du sélénium

Autres substances	Masse de l'autre substance mg	Effet, en µg Se de l'autre substance sur 3,75 µg Se
Sodium sous forme de chlorure	250	0,0
Potassium sous forme de chlorure	250	-0,1
Calcium sous forme de chlorure	250	0,0
Magnésium sous forme de chlorure	250	0,2
Aluminium sous forme de sulfate	250	0,2
Lanthane sous forme de chlorure	250	-0,3
Borate sous forme de sel de sodium	250	-0,1
Carbonate sous forme de sel de sodium	250	-0,2
Nitrate sous forme de sel de sodium	250	-0,5
Sel d'ammonium sous forme d'hydroxyde	250	0,0
Phosphate sous forme de sel de potassium	250	0,2
Sulfate sous forme de sel de sodium	250	0,0
Fluorure sous forme de sel de sodium	250	-0,7
Bromure sous forme de sel de sodium	100	0,2
Iodure sous forme de sel de sodium	100	0,1
Chrome(III) sous forme de chlorure	100	-0,2
Manganèse(II) sous forme de sulfate	100	0,3
Fer(III) sous forme de chlorure	250	0,5
Cobalt(II) sous forme de chlorure	100	-1,7
Nickel sous forme de sulfate	100	-3,4
Cuivre(II) sous forme de chlorure	250	-1,8
Zinc sous forme d'oxyde	250	0,2
Cadmium sous forme de chlorure	100	0,3
Mercure(II) sous forme de chlorure	100	-2,9
Étain(II) sous forme de chlorure	100	-0,4
Plomb(II) sous forme d'acétate	100	0,5
Antimoine sous forme de tartrate de sodium	250	-3,7
Bismuth sous forme de nitrate	100	-3,0

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9965:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7909c5fc-63ac-4d49-8dd0-7787712636e4/iso-9965-1993>

CDU 614.777:556.114:543.422:546.23

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

Prix basé sur 5 pages
