

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10566

Première édition
1994-12-15

**Qualité de l'eau — Dosage de
l'aluminium — Méthode par spectrométrie
à l'aide du violet de pyrocatéchol**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Water quality — Determination of aluminium — Spectrometric method
using pyrocatechol violet*

ISO 10566:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23bed57d-4d21-4755-a12d-2a2836bb5ad4/iso-10566-1994>



Numéro de référence
ISO 10566:1994(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 10566 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/23bed57d-4d21-4755-a12d-2a2836bb5ad4/iso-10566-1994>

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

On trouve de l'aluminium dans divers types de composés sous forme naturelle, et on peut en trouver dans des solutions acides, neutres et alcalines. L'aluminium peut également former des solutions de polymères et des gels, mais aussi des précipités flocculants, tous basés sur des ions positifs aqueux ou aluminates hydroxyles.

L'aluminium peut en outre former des complexes avec des acides organiques et des ions tels que fluorures, chlorures et sulfates, dont la plupart sont solubles.

L'aluminium peut également former des composés cristallins avec l'oxygène (et les espèces hydroxyles), le silicium et certains métaux. Bien qu'insolubles, certains de ces composés, notamment les argiles, les micas et les zéolites, se trouvent dans des rivières sous formes de fines particules en suspension insolubles. Bien qu'ils contiennent de l'aluminium, ces composés cristallins insolubles ne sont généralement pas considérés comme des composés d'aluminium en ce qui concerne le cycle de l'eau.

La méthode décrite dans la présente Norme internationale se limite à déterminer les cations aqueux et les autres formes d'aluminium facilement converties sous cette forme cationique par acidification. Le prétraitement avec les acides nitriques est identique à d'autres normes internationales utilisant des méthodes par spectrométrie avec atomisation électrothermique ou une technique par plasma couplage inductif (méthodes en préparation).

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10566:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23bed57d-4d21-4755-a12d-2a2836bb5ad4/iso-10566-1994>

Qualité de l'eau — Dosage de l'aluminium — Méthode par spectrométrie à l'aide du violet de pyrocatéchol

1 Domaine d'application

1.1 Type d'échantillon

La présente méthode s'applique à l'analyse des eaux potables, des eaux souterraines et des eaux de surface et eaux marines peu polluées.

1.2 Substance dosée

La présente méthode permet de déterminer l'aluminium filtrable (dissous) et l'aluminium soluble dans l'acide.

1.3 Domaine d'application

La méthode s'applique aussi bien au dosage de faibles concentrations jusqu'à 100 µg/l Al avec des cuves de 50 mm qu'au dosage de concentrations élevées jusqu'à 500 µg/l Al avec des cuves de 1 cm. La quantité effective dépend de la sensibilité du spectromètre et peut être augmentée en prélevant de plus petites prises d'essai.

1.4 Limite de détection

La limite de détection est de 2 µg/l si l'on utilise des cellules de trajet optique de 50 mm et un volume d'échantillon de 25 ml.

1.5 Sensibilité

Une concentration en aluminium de 100 µg/l fournit une absorbance d'environ 0,25 unité d'absorption optique, si l'on utilise un volume d'échantillon de 25 ml et des cellules de trajet optique de 10 mm.

1.6 Précision

Sauf mention particulière, la précision des volumes et des masses indiqués dans la présente Norme internationale est de $\pm 1\%$ de la valeur.

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 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons*.

3 Principe

Pour l'aluminium dissous, filtrer l'échantillon à travers une membrane filtrante (taille des pores 0,45 µm) et acidifier avec de l'acide nitrique pour atteindre un pH de 1,2 à 1,5.

Pour l'aluminium soluble dans l'acide, acidifier l'échantillon non traité avec de l'acide nitrique pour atteindre un pH de 1,2 à 1,5. Le laisser reposer 1 h à température ambiante pour dissoudre l'aluminium et filtrer.

Réaction de l'aluminium avec le violet de pyrocatéchol à un pH de $5,9 \pm 0,1$ suivie du mesurage spectrométrique du complexe coloré obtenu à une longueur

d'onde de 580 nm (la couleur bleu n'est visible qu'en cas d'une concentration élevée en aluminium).

NOTE 1 Pour d'autres types de dosages, par exemple digestions, traiter l'échantillon au préalable en utilisant de l'acide nitrique à un pH de 1,2 à 1,5 dans l'échantillon final.

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. S'assurer que la teneur en aluminium est négligeable comparée à la plus petite concentration à déterminer dans les échantillons.

Toutes les solutions réactives doivent être exemptes de particules en suspension (poussière) qui peuvent provoquer des interférences avec la spectrométrie. Si nécessaire, filtrer à travers une membrane filtrante de 0,45 µm.

Les réactifs doivent être conservés à température ambiante dans des bouteilles de plastique fermées, de préférence à l'abri de la lumière.

4.1 Acide nitrique (HNO₃),
ρ = 1,40 g/ml, 65 % (V/V).

4.2 Eau distillée ou désionisée exempte d'aluminium, (c'est-à-dire de concentration en aluminium inférieure à 1 µg/l ou à 1 % de la gamme de dosage).

4.3 Eau acidifiée

Ajouter 4,0 ml d'acide nitrique (4.1) à 1 000 ml d'eau (4.2).

4.4 Réactif mixte

Dans un bécher en plastique de 200 ml, ajouter 1,0 ml d'acide nitrique (4.1) à environ 70 ml d'eau (4.2). Ajouter à cette solution, 25,0 g de sulfate de magnésium heptahydraté [MgSO₄·7H₂O], 5,0 g d'acide ascorbique (C₆H₈O₆), 0,25 g de 1,10-phénanthroline monohydratée [C₁₂H₈N₂·H₂O] et 5,0 ml de solution étalon d'aluminium (4.8). Transférer dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer au volume avec de l'eau.

Cette solution se conserve un mois.

NOTE 2 Il est essentiel de procéder à un ajout exact de la solution étalon d'aluminium pour permettre un étalonnage linéaire à de faibles concentrations.

4.5 Solution de violet de pyrocatechol

Dissoudre avec précaution 0,050 g de violet de pyrocatechol [C₁₉H₁₄O₇S] (3,3', 4'-trihydroxyfuch-

sone-2''-acide sulfonique) dans environ 20 ml d'eau. Transférer dans une fiole jaugée et diluer au volume avec de l'eau (4.2).

Cette solution se conserve un mois.

NOTE 3 Comme le violet de pyrocatechol est un colorant qui peut varier suivant la marque et le lot, il serait préférable de vérifier si chaque lot est utilisable. Comme point de repère, une solution étalon de 100 µg/l Al devrait avoir une absorbance spectrale d'environ 0,25 cm⁻¹.

4.6 Solution tampon d'hexaméthylène tétramine

Dissoudre 210 g d'hexaméthylène tétramine [C₆H₁₂N₄] dans environ 200 ml d'eau (4.2). Transférer la solution dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer au volume avec de l'eau.

Cette solution se conserve au moins 2 mois.

NOTE 4 Cette solution est proche du point de saturation. Elle doit être conservée à 15 °C pour empêcher la cristallisation. Certaines marques d'hexaméthylène tétramine contiennent des particules de poussière; si tel est le cas, filtrer la solution tampon après la préparation.

4.7 Solution mère d'aluminium, 1 000 mg/l.

Peser 100 mg de feuille d'aluminium métallique (tolérance ± 0,5 mg). Dissoudre l'aluminium dans une fiole jaugée de 100 ml avec 1 ml d'acide nitrique (4.1) et quelques millilitres d'eau (4.2). Lorsque la dissolution est achevée, diluer au volume avec de l'eau (4.2).

NOTE 5 Les solutions étalons d'aluminium disponibles dans le commerce peuvent être utilisées.

La solution se conserve à température ambiante, s'il n'y a pas de perte par évaporation.

4.8 Solution étalon d'aluminium, 10 mg/l.

À l'aide d'une pipette, verser 1,00 ml de solution mère d'aluminium (4.7) dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer au volume avec de l'eau acidifiée (4.3).

4.9 Hydrogénocarbonate de sodium, solution à 2,0 mol/l.

Dissoudre 85 g d'hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO₃) dans environ 400 ml d'eau. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer au volume avec de l'eau (4.2).

NOTE 6 Ce réactif est utilisé pour augmenter le pH de l'échantillon lorsqu'il est inférieur à 1,2 (par exemple, à partir d'une digestion). Il n'est pas recommandé d'utiliser de l'hy-

droxyde de sodium (NaOH), parce que même des qualités analytiques peuvent contenir de l'aluminium, alors que l'hydrogénocarbonate de sodium contient très peu d'aluminium, en particulier les qualités pharmaceutiques.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre, pouvant fonctionner à une longueur d'onde de 580 nm et équipé de cuves de trajet optique de 10 mm et 50 mm. D'autres longueurs de cuves peuvent être utilisées avec les étalonnages appropriés.

NOTE 7 La sensibilité et la fidélité de cette méthode dépendent également des performances du spectromètre.

5.2 Dispositif de filtration, équipé de membranes filtrantes dont le diamètre moyen des pores est de 0,45 µm.

5.3 Bêchers en plastique, par exemple de capacité 100 ml, 200 ml ou 500 ml.

5.4 Fioles jaugées en plastique, par exemple de capacité 100 ml, 200 ml ou 500 ml.

5.5 Flacons d'échantillonnage avec bouchon, par exemple de capacité 100 ml ou 500 ml en plastique.

Tremper le nouveau matériel de laboratoire en plastique dans de l'acide nitrique à 10 % (V/V), [acide nitrique (4.1), dilué 1:10 avec de l'eau (4.2)], rincer et laisser toute la nuit dans de l'eau acidifiée (4.3). Vérifier sa conformité en procédant à un dosage des échantillons avec l'eau conservée; la concentration en aluminium devra être inférieure à 2 µg/l. Si possible, réserver ce matériel plastique et les cuves optiques uniquement au dosage de l'aluminium. Éliminer tout l'aluminium résiduel des dosages précédents en nettoyant tout le matériel plastique et les cellules optiques, en les remplissant ou en les trempant dans de l'eau acidifiée (4.3) toute une nuit. Ne pas utiliser de détergent ni d'acide chromique.

5.6 Ph-mètre.

5.7 Micropipettes, à volume réglable, munies de cônes de prélèvement à usage unique.

6 Échantillonnage et échantillons

Voir ISO 5667-3.

Prélever les échantillons dans des flacons en polyéthylène. Nettoyer les flacons d'échantillonnage et le dispositif de filtration conformément à l'article 5.

6.1 Aluminium filtrable

Immédiatement après l'échantillonnage, filtrer l'échantillon à travers la membrane filtrante (5.2). Acidifier le filtrat en ajoutant 0,30 ml d'acide nitrique (4.1) par 100 ml d'échantillon.

6.2 Aluminium soluble dans l'acide

Ajouter 0,30 ml d'acide nitrique (4.1) par 100 ml d'échantillon. Le pH doit se situer entre 1,2 et 1,5, sinon ajouter plus d'acide. Laisser reposer à température ambiante pendant au moins 1 h. Filtrer l'échantillon à travers la membrane filtrante (5.2).

D'autres procédés de prétraitement peuvent être utilisés dans des cas spécifiques (voir article 7).

NOTE 8 Une mauvaise acidification de l'échantillon peut entraîner des résultats erronés, parce que le pH n'est pas tamponné à sa valeur correcte pendant la réaction et le mesurage. Si le pH de l'échantillon est trop faible, il peut être augmenté par l'ajout de solution d'hydrogénocarbonate de sodium (4.9).

7 Interférences

L'interférence la plus importante en matière de microdosage d'aluminium est le dégagement d'aluminium de la surface des récipients utilisés pour l'échantillonnage et la manipulation. L'aluminium se dégage surtout facilement de la plupart des récipients en verre. C'est pourquoi il ne faut pas utiliser des récipients en verre pour le dosage de concentrations d'aluminium en dessous de 50 µg/l. Il est fortement conseillé de n'utiliser que des récipients de laboratoire en plastique traités préalablement selon la méthode décrite à l'article 5.

Les ions fluorures forment des complexes stables avec l'aluminium, empêchant ainsi la formation du complexe aluminium-violet de pyrocatechol. Le biais négatif qui en résulte interfère particulièrement à de faibles concentrations d'aluminium. Cet effet est presque totalement supprimé par l'ajout d'ions magnésium (voir 4.4) qui forment des complexes relativement forts avec le fluorure.

Le fer forme un complexe coloré avec le violet de pyrocatechol. Les interférences provoquées par le fer sont minimisées par réduction à l'état ferreux suivi de la formation d'un complexe avec la 1,10-phénanthroline. Ce complexe de fer donne lieu à une très

faible absorbance à 580 nm. 1,0 mg/l de fer équivaut à 0,05 µg/l d'aluminium.

Les composés colorés, tant organiques qu'inorganiques, qui donnent une absorbance à 580 nm, interfèrent généralement avec ce dosage, lorsque l'absorbance dépasse $0,050 \text{ cm}^{-1}$. Une digestion par voie d'oxydation peut détruire les espèces colorées et permettre ainsi un dosage adéquat.

Des substances humiques ainsi que d'autres composés organiques avec des propriétés complexantes peuvent provoquer des interférences. Il y a interférence évidente lorsque l'ajout d'aluminium à l'échantillon donne lieu à une augmentation de l'absorbance inférieure à celle à laquelle on s'attendait pour cette quantité supplémentaire. Ce genre d'interférence est supprimé par digestion avec $\text{H}_2\text{O}_2\text{--HNO}_3$.

8 Mode opératoire

La procédure comprend deux gammes de dosage en fonction de la longueur de la cuve et de la sensibilité du spectromètre: un dosage à faible concentration jusqu'à 100 µg/l Al avec des cuves de 50 mm, et un dosage à concentration élevée jusqu'à 500 µg/l avec des cuves de 10 mm.

8.1 Prise d'essai

Prélever un volume de prise d'essai de 25 ml à partir de l'échantillon [(6.1) ou (6.2)]. Pour s'adapter à de plus fortes concentrations d'aluminium, utiliser des volumes de prises d'essai plus faibles et ajouter de l'eau acidifiée (4.3) pour atteindre le volume de 25 ml et noter le facteur de dilution f (voir article 9).

8.2 Solutions d'étalonnage

8.2.1 Préparation de solutions d'étalonnage de concentration élevée (par exemple 500 µg/l Al avec des cuves de 10 mm)

À l'aide d'une pipette, verser respectivement 0 ml (blanc), 1,00 ml, 2,00 ml, 3,00 ml, 4,00 ml et 5,00 ml de solution étalon (4.8) dans une série de fioles jaugées de 100 ml (5.4). Diluer au volume avec de l'eau acidifiée (4.3). Ces solutions contiennent respectivement 0 µg/l (blanc), 100 µg/l, 200 µg/l, 300 µg/l, 400 µg/l et 500 µg/l Al.

8.2.2 Préparation de solutions d'étalonnage de faible concentration (par exemple 50 µg/l Al avec des cuves de 50 mm)

À l'aide d'une pipette, verser respectivement 0 ml (blanc), 100 µl, 200 µl, 300 µl, 400 µl et 500 µl de so-

lution étalon (4.8) dans une série de fioles jaugées de 100 ml (5.4). Diluer au volume avec de l'eau acidifiée (4.3). Ces solutions contiennent respectivement 0 µg/l (blanc), 10 µg/l, 20 µg/l, 30 µg/l, 40 µg/l et 50 µg/l Al.

8.3 Développement de la couleur

À l'aide d'une pipette, verser respectivement 25 ml d'échantillon acidifié (voir 8.1) ou de solutions d'étalonnage (8.2) dans des béchers en plastique de 100 ml (5.3).

Ajouter à chaque échantillon dans l'ordre suivant et en mélangeant après chaque ajout,

1,0 ml de réactif mixte (4.4),

1,0 ml de solution de violet de pyrocatechol (4.5),
et

5,0 ml de solution tampon d'hexyméthylène tétramine (4.6).

Laisser réagir pendant au moins 15 min et effectuer les mesures spectrométriques 60 min après le début de la réaction.

Le pH des solutions doit se situer à $5,9 \pm 0,1$. Dans le cas contraire, rechercher les erreurs commises.

8.4 Mesurage spectrométrique

À l'aide d'un spectromètre (5.1) réglé selon les indications du fabricant, mesurer l'absorbance de chaque solution à une longueur d'onde de 580 nm en prenant l'eau acidifiée (4.3) comme référence.

Utiliser des cuves à trajet optique adapté à la concentration et à la sensibilité choisie.

Mesurer la solution à blanc et les solutions étalons avec des cellules de même taille.

Relever l'absorbance A_s de chaque étalon ou échantillon.

8.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

Tracer la courbe d'étalonnage avec la concentration en masse d'aluminium, ρ_{Al} , en abscisse et l'absorbance A_s en ordonnée.

La pente de la courbe d'étalonnage indique la sensibilité de la méthode en litres par milligramme. L'intersection avec l'ordonnée est l'absorbance de l'échantillon (blanc calculé) sans ajout d'aluminium dans la solution étalon.

La solution à blanc et la pente doivent être vérifiées de temps en temps conformément aux règles de contrôle de qualité analytique, en particulier en cas d'utilisation de nouveaux lots de réactifs.

8.6 Dosage

À l'aide d'une pipette, prélever le volume de la prise d'essai de l'échantillon approprié [(6.1) ou (6.2)] et le verser dans un bécher de 100 ml. Si nécessaire, diluer l'échantillon dans de l'eau acidifiée (4.3) de façon à ce que la concentration en masse d'aluminium se trouve dans la gamme d'étalonnage et enregistrer le facteur de dilution f . Procéder ensuite comme indiqué en 8.3 et 8.4. Choisir une cuve de trajet optique approprié. Relever l'absorbance A_s sur le spectromètre.

NOTE 9 Le pH des solutions lors de la réaction doit être de $5,9 \pm 0,1$. Dans le cas contraire, vérifier si le pH de l'échantillon se situe entre 1,2 et 1,5. Utiliser une solution d'hydrogénocarbonate de sodium (4.9) ou de l'acide nitrique (4.1). S'assurer de la correction du résultat pour tenir compte de la dilution en ajustant le pH.

- A_{so} est l'absorbance calculée du blanc, conformément à 8.2;
- f est le facteur de dilution;
- b est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par microgrammes, conformément à 8.2.

Arrondir la valeur ρ_{Al} ainsi obtenue aux 5 % les plus proches dans la gamme d'étalonnage, c'est-à-dire

- 2 µg/l en dessous de 50 µg/l;
- 5 µg/l entre 50 µg/l et 200 µg/l, et
- 10 µg/l entre 500 µg/l et 200 µg/l.

10 Données de fidélité

Les résultats suivants ont été obtenus à l'occasion d'un essai interlaboratoire effectué en 1993 en Allemagne.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

9 Calcul et expression des résultats

À partir de la courbe d'étalonnage appropriée à une cellule optique de 10 mm ou 50 mm, calculer la concentration en masse d'aluminium en utilisant l'équation suivante:

$$\rho_{Al} = \frac{(A_s - A_{so}) \times f}{b}$$

ou

ρ_{Al} est la concentration en masse, en microgrammes par litre, de l'aluminium dans l'échantillon;

A_s est l'absorbance de l'échantillon d'eau;

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification précise de l'échantillon;
- c) information sur le prétraitement de l'échantillon (par exemple, aluminium dissous, aluminium soluble dans l'acide ou autre);
- d) résultat exprimé en microgrammes par litre (si nécessaire, inclure les informations sur la gamme de dosage et les données de fidélité);
- e) toute autre information susceptible d'avoir modifié les résultats.

Type d'échantillon	Blanc µg/l	Eau µg/l	Synthétique µg/l	Synthétique µg/l	Eau µg/l
Valeur réelle	0		35	150	
Moyenne totale	1,0	8,2	31,3	141	1 050
Écart-type de reproductibilité	0,8	1,6	2,7	9,7	30,4
Écart-type de répétabilité	0,4	0,8	0,7	2,2	10,0
Nombre de dosages	36	36	36	36	36
Nombre de laboratoires	9	9	9	9	9