

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11083

Première édition
1994-08-15

**Qualité de l'eau — Dosage du chrome(VI) —
Méthode par spectrométrie d'absorption
moléculaire avec la 1,5-diphénylcarbazine**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Water quality — Determination of chromium(VI) — Spectrometric method
using 1,5-diphenylcarbazide*
(standards.iteh.ai)

ISO 11083:1994

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/95d75ed6-5999-416f-a12c-
ed1bcf817d5e/iso-11083-1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/95d75ed6-5999-416f-a12c-ed1bcf817d5e/iso-11083-1994)



Numéro de référence
ISO 11083:1994(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 11083 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/95d75ed6-5999-416f-a12c-ed1bcf817d5e/iso-11083-1994>

© ISO 1994

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 chrome(VI) — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire avec la 1,5-diphénylcarbazine

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage du chrome(VI) dans les eaux par spectrométrie d'absorption moléculaire. Elle est applicable aux eaux dont la concentration en chrome(VI) dissous est comprise entre 0,05 mg/l et 3 mg/l. La gamme d'application peut être étendue par dilution de l'échantillon.

2 Principe

Après prétraitement de l'échantillon, afin de stabiliser les valences du chrome(VI) et du chrome(III), le chrome(VI), s'il est présent, réagit avec le 1,5-diphénylcarbazine pour former un complexe rouge-violet de chrome-1,5-diphénylcarbazine. L'absorbance de ce complexe est mesurée à une longueur d'onde comprise entre 540 nm et 550 nm, la longueur d'onde exacte étant indiquée dans le rapport d'essai.

3 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

Les réactifs disponibles dans le commerce de concentration garantie peuvent également être utilisés.

3.1 Solution tampon de phosphate, pH = 9,0 ± 0,2.

Dissoudre 456 g de phosphate acide de potassium ($K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$) dans 1 000 ml d'eau. Vérifier le pH et ajuster si nécessaire.

3.2 Solution d'hydroxyde de sodium.

Dissoudre 20 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans 100 ml d'eau.

3.3 Acide phosphorique — solution A.

Diluer 10 ml d'acide phosphorique (H_3PO_4 , $\rho = 1,71$ g/ml) avec de l'eau, à 100 ml.

3.4 Acide phosphorique — solution B.

Diluer 700 ml d'acide phosphorique (H_3PO_4 , $\rho = 1,71$ g/ml) avec de l'eau, à 1 000 ml.

3.5 Solution de sulfate d'aluminium.

Dissoudre 247 g de sulfate d'aluminium [$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$] dans 1 000 ml d'eau.

3.6 Solution de sulfite.

Dissoudre 11,8 g de sulfite de sodium (Na_2SO_3) dans de l'eau, et diluer à 100 ml.

Cette solution reste stable environ une semaine.

3.7 Papier indicateur de sulfite.

3.8 Solution de 1,5-diphénylcarbazine.

Dissoudre 1 g de 1,5-diphénylcarbazine ($C_{13}H_{14}N_4O$) dans 100 ml de propanone (acétone), C_3H_6O , et acidifier avec une goutte d'acide acétique glacial.

Conservée dans une bouteille en verre fumé, dans un réfrigérateur à 4 °C, cette solution est stable pendant deux semaines. Jeter la solution si elle est décolorée.

3.9 Solution d'hypochlorite de sodium.

Diluer 70 ml d'une solution d'hypochlorite de sodium (NaOCl, environ 150 g Cl₂ libre par litre) avec de l'eau, à 1 000 ml.

Conservée dans une bouteille en verre fumé, dans un réfrigérateur à 4 °C, cette solution est stable pendant une semaine.

3.10 Papier indicateur à l'amidon et iodure de potassium.

3.11 Solution étalon mère de chrome(VI).

ATTENTION — Le bichromate de potassium peut être carcinogène.

Dissoudre dans de l'eau 2,829 g de bichromate de potassium (K₂Cr₂O₇) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer avec de l'eau à 1 000 ml.

Cette solution reste stable indéfiniment. 1 ml de cette solution contient 1 mg de Cr.

3.12 Solution étalon de chrome(VI).

Transvaser 5 ml de solution mère de chrome(VI) (3.11) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer avec de l'eau à 100 ml.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation. 1 ml de cette solution contient 5 µg de Cr.

3.13 Chlorure de sodium, NaCl.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Photomètre ou spectromètre, équipé de cellules de trajet optique compris entre 10 mm et 50 mm.

4.2 Dispositif de filtration à membrane, équipé de membrane, dont la taille moyenne des pores est de 0,45 µm.

4.3 Équipement de mesure du pH.

4.4 Contrôle du débit de gaz.

5 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon

Effectuer ces étapes de prétraitement immédiatement après prélèvement de l'échantillon. Analyser les échantillons aussi vite que possible après le prélèvement.

NOTE 1 En cas de doute sur la procédure à utiliser, prendre deux échantillons et les traiter respectivement selon 5.1 et 7.1, ou 5.2 et 7.2. Si les résultats ne varient pas de façon significative, les procédures décrites en 5.1 et 7.1 peuvent être indifféremment utilisées.

5.1 Échantillons en l'absence de substances oxydantes et réductrices

Prélever un échantillon de 1 000 ml dans un flacon en verre. Ajouter 10 ml de solution tampon (3.1), mélanger et mesurer le pH à l'aide du pH-mètre (4.3). Il doit être compris entre 7,5 et 8,0.

Si le pH n'est pas compris dans cette gamme, l'ajuster à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2) ou de la solution d'acide phosphorique A (3.3), selon le cas.

Ajouter 1 ml de solution de sulfate d'aluminium (3.5), mélanger et vérifier le pH. Il doit être compris entre 7,0 et 7,2.

Si le pH n'est pas compris dans cette gamme, l'ajuster avec la solution d'acide phosphorique A (3.3).

Laisser le précipité reposer au moins 2 h. Décanter le surnageant et filtrer 200 ml à travers une membrane filtrante (4.2), en rejetant les premiers 50 ml de filtrat.

5.2 Échantillons en présence de substances oxydantes ou réductrices

Prélever un échantillon de 1 000 ml dans une bouteille en verre. Ajouter 10 ml de solution tampon (3.1), mélanger et mesurer le pH à l'aide du pH-mètre (4.3). Il doit être compris entre 7,5 et 8,0.

Si le pH n'est pas compris dans cette gamme, l'ajuster à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.2) ou de la solution d'acide phosphorique A (3.3), selon le cas.

Ajouter 1 ml de solution de sulfate d'aluminium (3.5), mélanger et vérifier le pH. Il doit être compris entre 7,0 et 7,2.

Si le pH n'est pas compris dans cette gamme de valeurs, l'ajuster avec la solution d'acide phosphorique A (3.3).

Ajouter 1 ml de solution de sulfite (3.6), contrôlant l'excès de sulfite à l'aide de papier indicateur de sulfite (3.7). En l'absence d'excès, rajouter la solution de sulfite jusqu'à l'obtention d'un excès.

Laisser le précipité reposer au moins 2 h. Décanter le surnageant et filtrer 200 ml à travers une membrane filtrante (4.2), en rejetant les premiers 50 ml de filtrat.

6 Interférences

En présence des ions plomb, baryum et argent (sels), des chromates peu solubles sont susceptibles de se former; le chrome(VI) qu'ils contiennent n'est pas dosé.

Les sels de mercure et de molybdène hexavalent forment une couleur jaune ou bleu avec le réactif, mais les intensités de coloration sont bien moindre qu'avec le chrome(VI). Le fer(III) forme une couleur jaune à des concentrations excédant 1 mg/l; le vanadium forme une couleur jaune pâle.

Le chrome(III) et d'autres ions métalliques interférant sont précipités par du sulfate d'aluminium dans une solution tamponnée de phosphate et sont éliminés par filtration.

Les changements de valence du chrome dus à la présence de substances oxydantes ou réductrices peuvent être évités en réalisant les prétraitements suivants.

Les substances oxydantes sont réduites par addition de sulfite à l'échantillon neutralisé; le chrome(VI) ne réagit pas dans ces conditions. Le sulfite en excès et les autres substances réductrices sont ensuite oxydés par l'hypochlorite. L'hypochlorite en excès et les chloroamines formés sont détruits dans la solution acide par addition de chlorure de sodium et le chlore formé est purgé par l'air.

Malgré ce prétraitement de l'échantillon, une lente réduction du chrome(VI) peut se produire dans certaines eaux. Les eaux de ruissellement, provenant des décharges publiques, les eaux domestiques usées brutes et certaines eaux résiduaires des usines de traitement peuvent présenter des pertes en chrome(VI) après quelques heures. Aussi, il est essentiel que ces échantillons soient analysés aussi vite que possible après leur prélèvement.

L'azote ammoniacal ne provoque pas d'interférences à des concentrations inférieures à 500 mg/l, mais les composés aminés sont susceptibles d'être transformés par l'hypochlorite en chloroamines, qui ne sont pas toujours décomposés par ajout de chlorures. Cette interférence se manifeste par l'apparition d'une couleur jaune ou brune lors de l'addition de 1,5-diphénylcarbazine.

L'azote nitrite interfère avec la formation du complexe rouge-violet de chrome(VI)-1,5-diphénylcarbazine à des concentrations excédant 20 mg/l.

Le vanadium excédant 4 mg/l, le molybdène et le mercure excédant 200 mg/l respectivement sont également susceptibles d'interférer.

7 Mode opératoire

7.1 Mode opératoire en l'absence de substances oxydantes ou réductrices

Transférer 50 ml (volume V) du filtrat (5.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 2 ml de solution B d'acide phosphorique (3.4) et 2 ml de solution de diphénylcarbazine (3.8) et diluer à 100 ml avec de l'eau.

Mesurer l'absorbance après 5 min à 15 min à une longueur d'onde comprise entre 540 nm et 550 nm, en utilisant de l'eau dans la cellule de référence (absorbance A_s), et des cellules de trajet optique de 40 mm ou 50 mm pour des concentrations inférieures à 0,5 mg/l, et de 10 mm pour des concentrations comprises entre 0,5 mg/l et 3 mg/l.

Si la concentration est supérieure à 3 mg/l, répéter le dosage, en utilisant une plus petite aliquote du filtrat (volume V).

Pour la valeur à blanc, répéter la procédure, en utilisant de l'eau à la place du filtrat (absorbance A_b).

NOTE 2 La valeur à blanc ne tient pas compte de la concentration en chrome des réactifs de précipitation, estimée négligeable.

Si la valeur à blanc mesurée diffère de manière significative de la valeur à blanc de la fonction d'étalonnage, vérifier cette dernière.

Si le filtrat est coloré ou troublé, prendre une autre aliquote et la traiter comme indiqué ci-dessus, sans utiliser la solution de 1,5-diphénylcarbazine. Utiliser l'absorbance mesurée pour corriger la couleur (absorbance A_t).

7.2 Procédure en présence de substances oxydantes ou réductrices

Transférer 50 ml du filtrat (5.2) dans une fiole jaugée de 100 ml (volume V). Ajouter 1 ml de la solution d'hypochlorite de sodium (3.9); au bout de 1 min, vérifier l'excès de chlorure à l'aide du papier indicateur à l'amidon et l'iodure de potassium (3.10).

S'il n'y a pas d'excès de chlorure, rajouter de la solution d'hypochlorite de sodium (3.9) jusqu'à l'obtention d'un excès.

Ajouter 2 ml de la solution B d'acide phosphorique (3.4). Dissoudre 10 g de chlorure de sodium (3.13) dans l'échantillon et faire passer de l'air à travers l'échantillon avec un débit d'environ 40 l/h pendant 40 min. Effectuer cette procédure dans une hotte de laboratoire.

Ajouter 2 ml d'une solution de 1,5-diphénylcarbazine (3.8) et diluer à 100 ml avec de l'eau.

Mesurer l'absorbance après 5 min à 15 min à une longueur d'onde comprise entre 540 nm et 550 nm, en utilisant de l'eau dans la cellule de référence (absorbance A_s), et des cellules de trajet optique de 40 mm ou 50 mm pour des concentrations inférieures à 0,5 mg/l, et de 10 mm pour des concentrations comprises entre 0,5 mg/l et 3 mg/l.

Si la concentration est supérieure à 3 mg/l, répéter le dosage en utilisant une plus petite aliquote du filtrat (volume V).

Pour la valeur à blanc, répéter la procédure, en utilisant de l'eau à la place du filtrat.

NOTE 3 La valeur à blanc ne tient pas compte de la concentration en chrome des réactifs de précipitation, estimée négligeable.

Si la valeur à blanc mesurée diffère de manière significative de la valeur à blanc de la fonction d'étalonnage (7.3), vérifier cette dernière.

Si le filtrat est coloré ou trouble, prendre une autre aliquote et la traiter comme indiqué ci-dessus, sans utiliser la solution de 1,5-diphénylcarbazine. Utiliser l'absorbance mesurée pour corriger la couleur (absorbance A_t).

7.3 Étalonnage

Prélever, à l'aide d'une pipette, par exemple 0 ml; 0,5 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml et 5,0 ml de la solution étalon de chrome(VI) (3.12), et transférer dans une série de fioles jaugées de 100 ml. Diluer à environ 40 ml avec de l'eau. Ajouter 2 ml de la solution B d'acide phosphorique (3.4) et 2 ml de solution de 1,5-diphénylcarbazine (3.8) et diluer à 100 ml avec de l'eau.

Ces solutions d'étalonnage ont des concentrations respectives de 0 mg/l; 0,025 mg/l; 0,05 mg/l; 0,10 mg/l; 0,15 mg/l; 0,20 mg/l et 0,25 mg/l.

Mesurer l'absorbance après 5 min à 15 min à une longueur d'onde comprise entre 540 nm à 550 nm (absorbance A_c), dans des cellules de trajet optique de 40 mm ou 50 mm, en utilisant de l'eau dans la cellule de référence.

Tracer la concentration en chrome(VI) par rapport aux valeurs d'absorbance pour établir la courbe d'étalonnage. La courbe d'étalonnage peut également être calculée par régression linéaire.

La pente de la courbe d'étalonnage donne la mesure de la sensibilité de la méthode. L'intersection avec l'axe des ordonnées indique la valeur à blanc. Vérifier régulièrement la pente et la valeur à blanc, notamment lorsque de nouveaux lots de réactifs sont utilisés.

Pour étalonner d'autres gammes de concentrations, procéder de la même manière, mais en utilisant d'autres solutions d'étalonnage.

En ce qui concerne la gamme de concentrations élevées, des cellules de trajet optique de 10 mm peuvent également être utilisées.

Établir des fonctions d'étalonnage séparées pour des cellules de trajet optique différent.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

Calculer la concentration en chrome(VI), $\rho_{(CrVI)}$, en milligrammes par litre, à l'aide de l'équation

$$\rho_{(CrVI)} = \frac{f \cdot (A_s - A_b)}{b}$$

ISO 11083:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/95d75ed6-5990-416fa12c-cd1bc817d5e/iso-11083-1994>

$$\rho_{(CrVI)} = \frac{f \cdot (A_s - A_t - A_b)}{b}$$

(si une correction a été faite pour des solutions colorées et troubles)

où

A_s est l'absorbance de l'échantillon;

A_b est l'absorbance de la solution à blanc;

A_t est l'absorbance de la solution corrective;

f est le facteur de dilution (pour $V = 50$ ml, $f = 2$; pour d'autres aliquotes, $f = 100/V$);

b est la sensibilité (pente de la courbe d'étalonnage).

Reporter les résultats au dixième de milligramme le plus proche pour des valeurs supérieures à 10 mg/l, au centième de milligramme le plus proche pour des valeurs inférieures à 10 mg/l.

8.2 Fidélité de justesse

Les résultats suivants proviennent d'un essai interlaboratoires effectué en Allemagne R.F. en 1986.

Tableau 1 — Données de fidélité

Matrice	l	n	o	n_a %	x mg/l	\bar{x} mg/l	σ_r mg/l	VC_r %	σ_R mg/l	VC_R %	WFR %
Eau de surface	15	58	14	19,4	0,072	0,067	0,002	3,3	0,004	5,5	93,2
Effluent d'eaux usées	18	71	1	1,4	0,180	0,166	0,002	1,4	0,012	6,9	92,1
Effluent traité (usine décapant d'acier fin)	18	72	0	0,0	0,630	0,543	0,021	3,9	0,107	19,7	86,1
Effluent traité (usine galvanique)	17	67	5	6,9	1,180	1,112	0,020	1,8	0,088	7,9	94,2

l est le nombre de laboratoires
 n est le nombre de valeurs
 o est le nombre de valeurs aberrantes
 n_a est le pourcentage de valeurs aberrantes
 x est la valeur vraie
 \bar{x} est la valeur moyenne
 σ_r est l'écart-type de répétitivité
 VC_r est le coefficient de variation de répétitivité
 σ_R est l'écart-type de reproductibilité
 VC_R est le coefficient de variation de reproductibilité
WFR est le taux de récupération

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 ISO 11083:1994
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/95d75ed6-5999-416f-a12c-ed1bcf817d5e/iso-11083-1994>

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- la référence à la présente Norme internationale;
- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- le prétraitement éventuel de l'échantillon, le cas échéant;
- la longueur d'onde à laquelle les mesures ont été faites;
- les résultats et le mode d'expression utilisé;
- toute modification du mode opératoire non spécifiée dans la présente Norme internationale, ou optionnel, et tout incident susceptible d'avoir influencé les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11083:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/95d75ed6-5999-416f-a12c-ed1bcf817d5e/iso-11083-1994>

ICS 13.060.40

Descripteurs: eau, qualité, essai des eaux, analyse chimique, dosage, chrome, méthode spectrométrique.

Prix basé sur 5 pages
