

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11969

Première édition
1996-07-15

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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Water quality — Determination of arsenic — Atomic absorption
spectrometric method (hydride technique)*

ISO 11969:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84fd0fcc-d683-4fb7-8bf2-b426c5cef2aa/iso-11969-1996>



Numéro de référence
ISO 11969:1996(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 11969 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1996

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

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

AVERTISSEMENT — L'arsenic et les composés de l'arsenic sont toxiques et reconnus comme cancérogènes pour l'homme. Éviter toute exposition par inhalation. Une protection individuelle doit être utilisée dans tous les cas où il existe un risque d'exposition à l'arsenic ou à des composés de l'arsenic.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le dosage de l'arsenic et des composés organiques de l'arsenic dans les eaux potables, les eaux souterraines et les eaux de surface, à des concentrations comprises entre $1 \mu\text{g/l}$ et $10 \mu\text{g/l}$.

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

3 Principe

La méthode est basée sur le mesurage par absorption atomique de l'arsenic généré par la décomposition thermique de l'hydrure d'arsenic(III).

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

Réduction de l'arsenic(III) en hydrure d'arsenic(III) (arsine gazeux, AsH_3), par réaction avec du tétrahydroborate de sodium dans un milieu d'acide chlorhydrique.

Détermination de l'absorbance à une longueur d'onde de 193,7 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 arsenic de l'eau et des réactifs doit être négligeable.

4.1 Acide sulfurique (H_2SO_4), $\rho = 1,84$ g/ml.

4.2 Acide chlorhydrique (HCl), $\rho = 1,15$ g/ml.

4.3 Peroxyde d'hydrogène (H_2O_2),
 $w = 30$ % (m/m).

4.4 Hydroxyde de sodium (NaOH).

4.5 Tétrahydroborate de sodium, solution.

Dissoudre 1 g 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.

Préparer la solution le jour de l'utilisation.

NOTE 1 Pour les systèmes en flux, il est recommandé de suivre les instructions du fabricant. Une solution contenant 0,5 % de tétrahydroborate de sodium et 0,5 % d'hydroxyde de sodium convient. Cette solution est stable pendant au moins une semaine.

4.6 Solution d'acide ascorbique et d'iode de potassium.

Dissoudre 3 g d'iode de potassium (KI) et 5 g d'acide L(+)-ascorbique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) dans 100 ml d'eau.

Préparer la solution le jour de l'utilisation.

NOTE 2 Il n'est pas nécessaire d'utiliser de l'acide ascorbique si une solution d'iode de potassium à 20 % est utilisée.

4.7 Arsenic, solution mère, correspondant à 1 000 mg d'As par litre.

Introduire 1,320 g d'oxyde d'arsenic(III) (As_2O_3) dans une fiole jaugée de 1 000 ml de capacité nominale. Ajouter 2 g d'hydroxyde de sodium (4.4) et dissoudre dans une petite quantité d'eau. Compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée pendant au moins 1 an.

Des solutions mères d'arsenic sont disponibles dans le commerce. Si la solution mère contient As(V), les solutions étalons doivent être traitées de la même façon que l'échantillon pour l'étape de réduction (8.3.2).

4.8 Arsenic, solution étalon 1, correspondant à 10 mg d'As par litre.

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

Cette solution peut être conservée pendant environ 1 mois.

Si une solution mère d'arsenic(V) est utilisée, l'arsenic(V) doit être réduit en arsenic(III) conformément à 8.3.2, avant dilution à 1 000 ml.

4.9 Arsenic, solution étalon 2, correspondant à 0,1 mg d'As par litre.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon 1 (4.8) dans une fiole jaugée de 1 000 ml de capacité nominale. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et compléter au volume avec de l'eau.

Préparer la solution le jour de l'utilisation.

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 de l'arsenic, par exemple une lampe lumineuse 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 nettoyer immédiatement avant toute utilisation, à l'acide nitrique chaud dilué à 10 % (V/V) 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 10 % (V/V)] et rincés à l'eau.

Ajouter, sur site, 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 Interférences

La plupart des composés organiques interfèrent avec le dosage de l'arsenic. Ils doivent donc être éliminés avant l'analyse par la méthode de digestion décrite en 8.3.1. Les échantillons formant de la mousse lors de l'addition de tétrahydroborate doivent être prétraités (par exemple par un agent antimousse ou une digestion complète). Dans le cas où un agent antimousse est ajouté, il est nécessaire d'ajouter également cet agent à la solution d'essai à blanc et aux solutions d'étalonnage.

L'annexe A donne des informations sur l'effet de substances potentiellement interférentes sur le dosage de l'arsenic. Ces résultats ont été obtenus par le Laboratoire national de chimie (Royaume-Uni). De toutes les substances expérimentées, seuls le cuivre à une concentration supérieure à 2,0 mg/l, l'antimoine à une concentration supérieure à 0,2 mg/l, le sélénium à une concentration supérieure à 0,05 mg/l et le nitrate à une concentration supérieure à 100 mg/l interfèrent à des niveaux de concentration en arsenic de 1,0 µg/l.

Les métaux nobles, par exemple platine et palladium, peuvent masquer la réponse de l'hydrure d'arsenic(III).

8 Mode opératoire

8.1 Solution d'essai à blanc

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

Traiter le blanc de la même façon que les échantillons.

8.2 Solutions d'étalonnage

À partir de la solution étalon 2 d'arsenic (4.9), préparer au moins cinq solutions d'étalonnage couvrant la gamme des concentrations à doser.

Par exemple, pour la gamme comprise entre 1 µg/l et 10 µg/l, introduire, à l'aide d'une pipette, 1 ml,

3 ml, 5 ml, 8 ml et 10 ml de la solution étalon 2 d'arsenic dans une série de fioles jaugées de 100 ml de capacité. Ajouter dans chaque fiole 2 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et compléter au volume avec de l'eau. Ces solutions correspondent respectivement à une concentration en arsenic de 1 µg/l, 3 µg/l, 5 µg/l, 8 µg/l et 10 µg/l.

Les solutions d'étalonnage doivent être préparées chaque jour.

Traiter les solutions d'étalonnage de la même façon que les échantillons.

8.3 Prétraitement

La plupart des composés organiques de l'arsenic sont décomposés par la méthode de digestion décrite en 8.3.1. S'il est connu que l'échantillon à analyser ne contient pas de composés organiques de l'arsenic, l'étape de digestion peut être omise. Dans ce cas, poursuivre selon 8.3.2.

Introduire 50 ml de la prise d'essai (voir article 6) dans un ballon à fond rond (voir l'exemple de la figure 1).

8.3.1 Méthode de digestion

AVERTISSEMENT — Les fumées produites lors du chauffage d'acide sulfurique concentré sont irritantes; cette opération doit donc être effectuée sous une hotte d'aspiration.

Introduire 5 ml d'acide sulfurique (4.1) et 5 ml de peroxyde d'hydrogène (4.3) dans le ballon (voir 8.3).

Ajouter des régulateurs d'ébullition et raccorder le ballon à un appareillage tel qu'indiqué à la figure 1. Chauffer à ébullition et recueillir le condensat dans le réservoir de condensat.

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

Lorsque l'aspect de la prise d'essai n'est plus trouble et est incolore, refroidir le ballon et son contenu, retransvaser le condensat dans le ballon à fond rond et poursuivre selon 8.3.2.

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

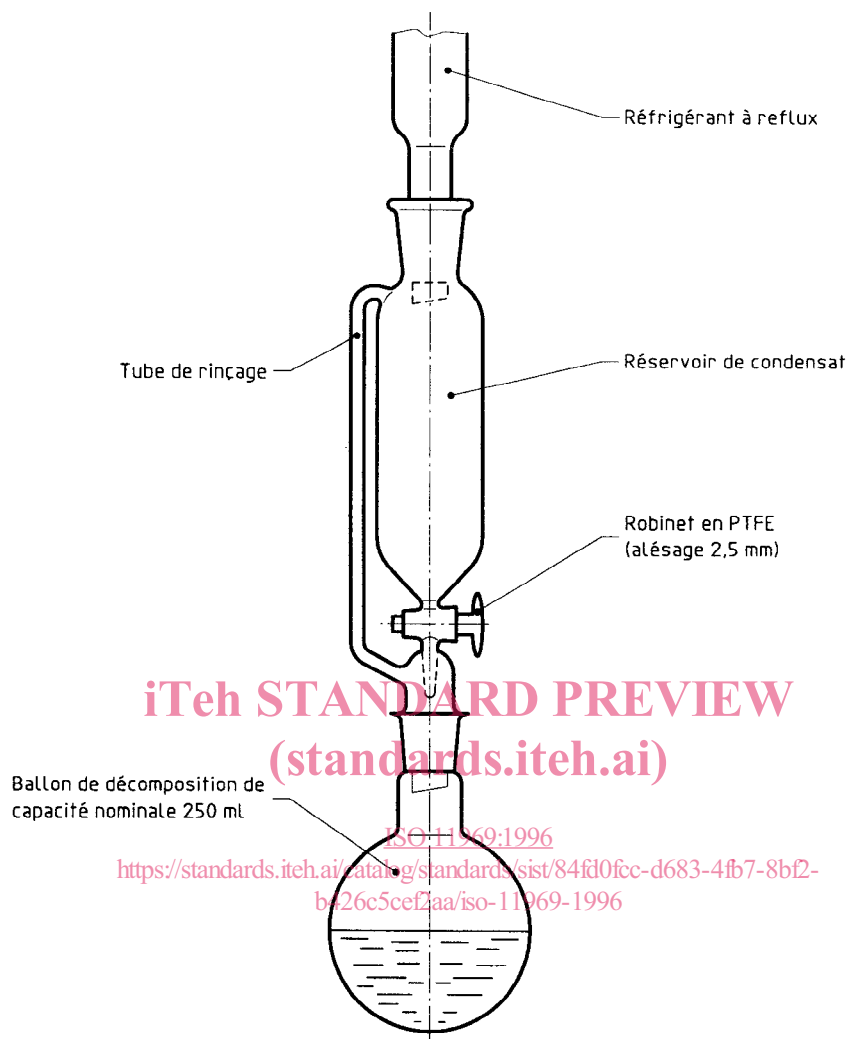


Figure 1 — Exemple d'appareil de décomposition

8.3.2 Réduction de As(V) en As(III)

Introduire 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 4 ml de la solution d'acide ascorbique et d'iodure de potassium (4.6) dans le ballon à fond rond contenant l'échantillon minéralisé (voir 8.3.1) ou l'échantillon non minéralisé (voir 8.3).

Faire chauffer doucement pendant 15 min à 50 °C.

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

8.4 Étalonnage et dosage

En fonction du système d'hydrure utilisé, il est possible d'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 (5.1) selon les indications du manuel d'emploi du fabricant de l'appareil (longueur d'onde: 193,7 nm) et régler la cellule d'absorption afin d'obtenir la transmission maximale du faisceau lumineux.

Faire passer un flux d'argon ou d'azote (5.2) à travers le système et mettre l'appareil à zéro.

Mesurer l'absorbance des solutions dans l'ordre suivant:

- la solution d'essai à blanc;
- les solutions d'étalonnage;
- les échantillons, préparés comme suit.

Introduire dans l'appareil de réaction, un volume adéquat de la solution d'échantillon (voir 8.3.2).

Raccorder le récipient de réaction au générateur d'hydruure.

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

Pour 20 ml de solution d'échantillon (8.3.2), ajouter 5 ml 0,1 ml de la solution de tétrahydroborate de sodium (4.5) à la solution et enregistrer le signal.

Réitérer le mesurage en utilisant des portions séparées de chaque solution. Utiliser la moyenne de ces résultats.

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

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 d'arsenic. Si les essais de rendement s'avèrent non satisfaisants, il convient d'utiliser la méthode des ajouts dosés.

9 Calcul des résultats en utilisant la méthode des gammes d'étalonnage

Calculer la concentration en arsenic dans la solution en comparant la réponse d'absorption de la solution d'échantillon avec les réponses des solutions étalons de concentrations connues obtenues au cours de l'étalonnage (8.4).

Toutes les étapes de dilution doivent être prises en compte.

10 Expression des résultats

Exprimer les résultats, en microgrammes par litre, avec deux chiffres significatifs et une décimale.

11 Fidélité

Un essai interlaboratoire, effectué en 1982, en utilisant une méthode basée sur le même principe, sur des échantillons d'eau potable, dopés avec une eau de concentration en arsenic connue, ont fourni les valeurs indiquées dans l'annexe B.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) expression des résultats, conformément à l'article 10;
- d) détails de toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale ou facultatives, ainsi que tout autre facteur susceptible d'avoir agi sur les résultats.

Annexe A (informative)

Effets d'autres substances sur le dosage de l'arsenic

Autre substance		Sous forme de	Concentration mg/l	Effet de la substance (en µg/l) sur une concentration en arsenic de	
				0,0 µg/l ¹⁾	1,0 µg/l
Argent	(as Ag ⁺)	Perchlorate	10,0	+ 0,06	+ 0,02
Aluminium	(as Al ³⁺)	Perchlorate	10,0	0,00	- 0,03
Cadmium	(as Cd ²⁺)	Perchlorate	10,0	+ 0,12	+ 0,03
Chrome	(as Cr ³⁺)	Perchlorate	10,0	0,00	- 0,01
Cuivre	(as Cu ²⁺)	Perchlorate	0,5		- 0,04
Cuivre	(as Cu ²⁺)	Perchlorate	1,0		- 0,06
Cuivre	(as Cu ²⁺)	Perchlorate	2,0		- 0,06
Cuivre	(as Cu ²⁺)	Perchlorate	5,0		- 0,15
Cuivre	(as Cu ²⁺)	Perchlorate	10,0		- 0,19
Cuivre	(as Cu ²⁺)	Perchlorate	20,0	0,00	- 0,30
Fer	(as Fe ³⁺)	Perchlorate	10,0	0,00	0,00
Mercure	(as Hg ²⁺)	Perchlorate	10,0	+ 0,13	- 0,04
Manganèse	(as Mn ²⁺)	Perchlorate	10,0	+ 0,09	+ 0,04
Nickel	(as Ni ²⁺)	Perchlorate	0,5		- 0,02
Nickel	(as Ni ²⁺)	Perchlorate	1,0		- 0,03
Nickel	(as Ni ²⁺)	Perchlorate	2,0		- 0,03
Nickel	(as Ni ²⁺)	Perchlorate	10,0	0,00	- 0,10
Plomb	(as Pb ²⁺)	Perchlorate	10,0	0,00	- 0,05
Antimoine	(as Sb ⁵⁺)	Chlorure	0,2	0,00	- 0,04
Antimoine	(as Sb ⁵⁺)	Chlorure	0,5		- 0,12
Antimoine	(as Sb ⁵⁺)	Chlorure	1,0		- 0,23
Antimoine	(as Sb ⁵⁺)	Chlorure	2,0		- 0,26
Antimoine	(as Sb ⁵⁺)	Chlorure	5,0		- 0,28
Antimoine	(as Sb ⁵⁺)	Chlorure	10,0	+ 0,24	- 0,57
Sélénium	(as Se ⁴⁺)	Nitrate	0,01		+ 0,03
Sélénium	(as Se ⁴⁺)	Nitrate	0,02		+ 0,01
Sélénium	(as Se ⁴⁺)	Nitrate	0,05		- 0,07
Sélénium	(as Se ⁴⁺)	Nitrate	0,1		- 0,28
Sélénium	(as Se ⁴⁺)	Nitrate	0,2		- 0,42
Sélénium	(as Se ⁴⁺)	Nitrate	0,5	0,00	- 0,81
Étain	(as Sn ⁴⁺)	Chlorure	0,5		0,00
Étain	(as Sn ⁴⁺)	Chlorure	1,0		- 0,05
Étain	(as Sn ⁴⁺)	Chlorure	2,0		- 0,04

Autre substance	Sous forme de	Concentration mg/l	Effet de la substance (en µg/l) sur une concentration en arsenic de	
			0,0 µg/l ¹⁾	1,0 µg/l
Étain (as Sn ⁴⁺)	Chlorure	5,0		- 0,05
Étain (as Sn ⁴⁺)	Chlorure	10,0	+ 0,09	- 0,08
Zinc (as Zn ²⁺)	Chlorure	10,0	+ 0,04	+ 0,01
Nitrate (as NO ₃ ⁻)	Acide nitrique	10,0		- 0,04
Nitrate (as NO ₃ ⁻)	Acide nitrique	50,0		0,00
Nitrate (as NO ₃ ⁻)	Acide nitrique	100,0		- 0,09
Nitrate (as NO ₃ ⁻)	Acide nitrique	250,0	0,00	- 0,21
Perchlorate (as ClO ₄ ⁻)	Acide perchlorique	10,0	+ 0,09	- 0,07
Phosphate (as PO ₄ ³⁻)	Potassium dihydrogéné	10,0	0,00	+ 0,02
Sulfate (as SO ₄ ²⁻)	Acide sulfurique	250,0	+ 0,04	+ 0,01

1) Si les autres substances n'interféraient pas, l'effet se produirait vraisemblablement entre 0,00 µg/l ± 0,02 µg/l et 0,00 µg/l ± 0,08 µg/l à des concentrations en arsenic respectives de 0,0 µg/l et 1,0 µg/l.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11969:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84fd0fcc-d683-4fb7-8bf2-b426c5cef2aa/iso-11969-1996>