
**Qualité de l'eau — Dosage de
l'aluminium — Méthodes par spectrométrie
d'absorption atomique**

*Water quality — Determination of aluminium — Atomic absorption
spectrometric methods*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12020:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dd488eb-4b77-4fc1-8929-0baf636037a5/iso-12020-1997>



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 12020 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.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 12020:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dd488eb-4b77-4fc1-8929-0baf636037a5/iso-12020-1997>

© ISO 1997

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

Internet central@iso.ch

X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Introduction

L'aluminium peut être présent dans l'eau sous forme ionique ou complexe. Il peut être dissous ou finement dispersé. Même lorsque la minéralisation décrite en 2.5.3 est appliquée, ces méthodes ne permettent pas dans tous les cas une analyse quantitative des silicates et des oxydes d'aluminium.

L'article 2 décrit une méthode pour le dosage de l'aluminium par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme; l'article 3 décrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique en four graphite.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12020:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dd488eb-4b77-4fc1-8929-0baf636037a5/iso-12020-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dd488eb-4b77-4fc1-8929-0baf636037a5/iso-12020-1997>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12020:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dd488eb-4b77-4fc1-8929-0baf636037a5/iso-12020-1997>

Qualité de l'eau – Dosage de l'aluminium – Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit deux méthodes par spectrométrie d'absorption atomique pour le dosage de l'aluminium dans l'eau.

1.1 Spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

La méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (article 2) est applicable au dosage de l'aluminium dans l'eau à des concentrations en masse de 5 mg/l à 100 mg/l. Des concentrations plus élevées peuvent être déterminées après dilution appropriée de l'échantillon. Une évaporation soignée de l'échantillon acidifié à l'acide nitrique peut être effectuée pour élargir le domaine de travail de la méthode à des concentrations inférieures, à condition qu'aucun phénomène de précipitation ne soit observé.

NOTE – Si la zone de linéarité de l'instrument est suffisamment grande, la présente méthode permet la détermination de concentrations inférieures à 5 mg/l; sinon le dosage doit être effectué en four graphite, comme décrit à l'article 3.

S'il est demandé une détermination de la teneur totale en aluminium, une minéralisation de l'échantillon selon 2.5.3 est nécessaire. Il se peut que les silicates et les oxydes d'aluminium ne soient cependant pas analysés quantitativement par cette méthode de minéralisation.

1.2 Spectrométrie d'absorption atomique en four graphite

La méthode par spectrométrie d'absorption atomique en four graphite (article 3) est applicable au dosage de l'aluminium dans les eaux et les eaux usées à des concentrations en masse de 10 µg/l à 100 µg/l pour un volume injecté de 20 µl. Le domaine de travail peut être modifié pour des concentrations plus élevées soit en diluant l'échantillon soit en utilisant un volume d'échantillon plus faible.

2 Dosage de l'aluminium par spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme protoxyde d'azote/acétylène

2.1 Interférences

Les ions suivants peuvent créer des interférences avec la méthode de spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, si les concentrations énumérées ci-dessous sont dépassées:

Sulfate	10 000 mg/l
Chlorure	10 000 mg/l
Phosphate	10 000 mg/l
Sodium	10 000 mg/l
Potassium	10 000 mg/l
Magnésium	10 000 mg/l
Calcium	10 000 mg/l
Fer	10 000 mg/l
Nickel	10 000 mg/l
Cobalt	10 000 mg/l

Cadmium	3 000 mg/l
Plomb	10 000 mg/l
Silicate	200 mg/l
Fluoroborate	2 000 mg/l
Titane	1 000 mg/l
Fluorure	3 000 mg/l ¹⁾
1) Cette concentration concerne les échantillons fortement acides ou les solutions de mesure de pH inférieur à 1. Dans les solutions moins acides, des précipités peuvent se produire.	

Il convient que la teneur totale en sels de la solution de mesure ne dépasse pas 15 g/l ou que sa conductivité électrique ne dépasse pas 2 000 mS/m. Pour les échantillons pour lesquels on ne connaît pas l'influence de la matrice, il convient de contrôler la conductivité et de corriger si possible l'effet de la matrice, par exemple en diluant l'échantillon ou en appliquant la méthode des ajouts dosés.

2.2 Principe

De l'acide est ajouté à l'échantillon d'eau qui est ensuite aspiré dans la flamme protoxyde d'azote/acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique. L'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 309,3 nm et la teneur en aluminium est calculée.

2.3 Réactifs

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2.3.1 Exigences générales

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau bidistillée ou de l'eau de pureté équivalente. La teneur en aluminium de l'eau ou des réactifs utilisés doit être suffisamment faible pour être négligeable comparée à la concentration la plus faible à déterminer.

2.3.2 Acide chlorhydrique, $\rho_{\text{HCl}} = 1,16 \text{ g/ml}$.

2.3.3 Acide nitrique, $\rho_{\text{HNO}_3} = 1,40 \text{ g/ml}$.

2.3.4 Peroxyde d'hydrogène (eau oxygénée), $w_{\text{H}_2\text{O}_2} = 30 \%$.

2.3.5 Chlorure de césium, solution, $\rho_{\text{Cs}} = 20 \text{ g/l}$.

Dissoudre 25,3 g de CsCl dans 100 ml d'acide chlorhydrique (2.3.2) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (2.3.1).

2.3.6 Solution mère d'aluminium, $\rho_{\text{Al}} = 1 000 \text{ mg/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 1,000 g d'aluminium, d'une pureté minimale de 99,9 % ou en bande, dans environ 15 ml d'acide chlorhydrique (2.3.2) et compléter au volume avec de l'eau (2.3.1).

Il est également possible de préparer la solution avec un étalon d'aluminium disponible dans le commerce contenant $(1,000 \pm 0,002) \text{ g}$ d'aluminium.

2.3.7 Solution étalon d'aluminium, $\rho_{\text{Al}} = 100 \text{ mg/l}$.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 100 ml de la solution mère d'aluminium (2.3.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 10 ml d'acide nitrique (2.3.3). Compléter au volume avec de l'eau (2.3.1).

2.3.8 Solutions d'étalonnage d'aluminium.

Suivant la concentration en aluminium attendue dans l'échantillon, préparer au moins cinq solutions d'étalonnage à partir de la solution étalon d'aluminium (2.3.7). Procéder comme suit pour un domaine de travail allant, par exemple, de 5 mg/l à 50 mg/l.

- a) Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, respectivement 5 ml, 10 ml, 20 ml, 30 ml et 50 ml de la solution étalon d'aluminium (2.3.7).
- b) Ajouter 2 ml de la solution de chlorure de césium (2.3.5).
- c) Acidifier chacune de ces solutions avec 1 ml d'acide nitrique (2.3.3).
- d) Compléter au volume avec de l'eau et mélanger.

Les solutions d'étalonnage obtenues contiennent respectivement 5 mg/l, 10 mg/l, 20 mg/l, 30 mg/l et 50 mg/l d'aluminium. Préparer les solutions d'étalonnage le jour de l'emploi.

NOTE – Il est avantageux d'utiliser des solutions d'étalonnage supplémentaires dans la portion principale du domaine de travail.

2.3.9 Blanc.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 1 ml d'acide nitrique (2.3.3) dans une fiole jaugée de 100 ml, et compléter au volume avec de l'eau.

Si le volume de l'échantillon doit être minéralisé ou réduit par évaporation, le blanc doit subir le même prétraitement (voir 2.5).

2.3.10 Solution de zéro.

Utiliser de l'eau (2.3.1) pour régler le zéro de l'instrument. Le blanc (2.3.9) peut également être utilisé pour régler le zéro de l'instrument, à condition que sa teneur en aluminium soit négligeable.

Les solutions de zéro ne doivent pas être conservées dans des flacons en polyoléfines (voir 2.5.1).

2.4 Appareillage

ISO 12020:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0dd488eb-4b77-4fc1-8929-36657c657c99>

2.4.1 Spectromètre d'absorption atomique, avec correction de l'absorption non spécifique et source de rayonnement permettant le dosage de l'aluminium.

2.4.2 Alimentation en gaz, avec du protoxyde d'azote et de l'acétylène; la pression résiduelle dans les bouteilles d'acétylène ne doit jamais descendre en dessous de 500 kPa. Il y a lieu de concevoir l'alimentation en protoxyde d'azote et en acétylène pour permettre la fourniture de grands volumes de ces gaz.

2.4.3 Fioles jaugées, de 10 ml, 100 ml et 1 000 ml de capacité nominale.

2.4.4 Pipettes graduées à un trait, de 5 ml, 10 ml, 20 ml, 30 ml et 50 ml de capacité nominale.

2.4.5 Micropipettes ou dilueur.

2.4.6 Bécher, en verre de silice, de 250 ml de capacité nominale.

2.4.7 Dispositif de chauffage, par exemple une plaque chauffante électrique.

2.4.8 Dispositif de filtration sur membrane, équipé de membranes filtrantes, de porosité 0,45 µm.

2.5 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

2.5.1 Exigences générales

Nettoyer la verrerie immédiatement avant utilisation avec de l'acide nitrique dilué chaud à environ 0,2 mol/l, puis la rincer soigneusement avec de l'eau (2.3.1).

Vérifier que les extrémités des pipettes arrivant par lots ainsi que les récipients à usage unique ne soient pas contaminés par l'aluminium.

Recueillir les échantillons dans des flacons en matière plastique appropriée. Ne pas utiliser de flacons en polyoléfinés car ils peuvent contenir des traces d'aluminium.

Nettoyer les récipients d'échantillonnage comme indiqué pour la verrerie.

2.5.2 Prétraitement pour le dosage de l'aluminium dissous

- Immédiatement après le prélèvement de l'échantillon (2.5.1), filtrer l'échantillon d'eau sur une membrane de porosité 0,45 μm .
- Acidifier le filtrat avec 1 ml d'acide nitrique (2.3.3) par litre d'échantillon d'eau afin de le stabiliser.
- Le pH résultant doit être inférieur à 2, sinon rajouter de l'acide.

2.5.3 Prétraitement pour la procédure de minéralisation

- Immédiatement après le prélèvement de l'échantillon, ajouter 1 ml d'acide nitrique (2.3.3) par litre d'échantillon.
- Le pH résultant doit être inférieur à 2, sinon rajouter de l'acide.
- Dans un bécher en verre de silice, ajouter 1 ml d'acide nitrique (2.3.3) et 1 ml de peroxyde d'hydrogène (2.3.4) à 100 ml de l'échantillon homogénéisé, puis évaporer jusqu'à obtention d'un résidu humide. Afin d'éviter des pertes, ne pas évaporer l'échantillon d'eau jusqu'à sec.
- Reprendre le résidu humide avec 1 ml d'acide nitrique (2.3.3) et une faible quantité d'eau (2.3.1), puis compléter à 100 ml. Traiter les blancs de la même manière.

2.5.4 Préparation de la solution de mesure

- Verser 20 ml de l'échantillon d'eau prétraité conformément à 2.5.2 ou 2.5.3, dans une fiole jaugée de 25 ml. Ajouter 2 ml de solution de chlorure de césium (2.3.5), bien mélanger et compléter au volume avec de l'eau (2.3.1).
- Traiter le blanc et les solutions d'étalonnage de la même manière.

2.6 Mode opératoire

- Avant le mesurage, régler les paramètres de fonctionnement du spectromètre d'absorption atomique selon le manuel d'instructions du fabricant.
- Régler le zéro de l'instrument en aspirant dans la flamme la solution de zéro (2.3.10).
- Étalonner l'instrument en aspirant dans la flamme les solutions d'étalonnage, préparées comme décrit en (2.3.8), par ordre croissant de concentrations.
- Entre chaque solution d'étalonnage, régler de nouveau le zéro de l'instrument en aspirant dans la flamme la solution de zéro (2.3.10).
- Mesurer le blanc préparé selon 2.3.9, puis les solutions de mesure préparées selon 2.5.4.
- Après chaque série d'échantillons, mais au moins tous les 10 à 20 mesurages, vérifier la fonction d'étalonnage à l'aide du blanc et d'une solution d'étalonnage située au milieu de la gamme.

Si la teneur en aluminium de la solution de mesure dépasse la gamme de validité de la courbe d'étalonnage, diluer en conséquence la solution de mesure.

2.7 Calcul des résultats

Établir la courbe d'étalonnage à partir des données mesurées obtenues à partir des solutions d'étalonnage.

Calculer la concentration en masse d'aluminium, ρ_{Al} , en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau, à l'aide de l'équation suivante:

$$\rho_{Al} = \frac{(A_s - A_{s0})V_m}{b \cdot V_p}$$

où

A_s est l'absorbance de la solution de mesure;

A_{s0} est l'absorbance de blanc;

b est la pente, en litres par milligramme, de la fonction d'étalonnage, estimée par régression;

V_p est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour préparer la solution de mesure;

V_m est le volume, en millilitres, de la solution de mesure.

Toute autre dilution que celles données ici doit être prise en compte.

2.8 Expression des résultats

Les valeurs doivent être exprimées à 1 mg/l près, avec deux chiffres significatifs au plus.

EXEMPLES

Aluminium (Al) 7 mg/l

Aluminium (Al) 32 mg/l

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3 Dosage de l'aluminium par spectrométrie d'absorption atomique en four graphite

3.1 Interférences

Les ions suivants ne créeront pas d'interférence sur le dosage par spectrométrie d'absorption atomique en four graphite, à condition que les valeurs limites de concentrations en masse spécifiées ne soient pas dépassées:

- Valeur limite de 100 mg/l pour le fer, le cuivre, le nickel, le cobalt, le cadmium, le plomb, le tétrafluoroborate et le silicate.
- Valeur limite de 1 000 mg/l pour le sodium, le potassium, le calcium, le chlorure, le sulfate, le phosphate et l'acétate.

Les fluorures seront à l'origine d'un abaissement du signal même à des faibles concentrations. L'interférence du fluorure peut être corrigée jusqu'à une concentration en masse de 50 µg/l de fluorure par ajout de 10 µl d'acide sulfurique, $\rho = 1,07$ g/ml, dans le tube graphite, immédiatement après l'injection de l'échantillon.

Eu égard au caractère omniprésent de l'aluminium, des mesurages à de faibles concentrations sont susceptibles d'être contaminés.

Pour analyser des échantillons provenant d'une matrice de composition inconnue, il est recommandé d'utiliser la méthode des ajouts dosés (3.6.3). Les biais dus à une absorption non spécifique peuvent être compensés dans une grande mesure par une correction de l'absorption non spécifique.

3.2 Principe

Les solutions de mesure sont injectées dans le tube graphite d'un four graphite, aligné sur le parcours optique du spectromètre d'absorption atomique. Les absorbances, ou absorbances intégrées en fonction du temps, sont mesurées à une longueur d'onde de 309,3 nm.