
**Qualité de l'eau — Dosage de 33 éléments
par spectroscopie d'émission atomique
avec plasma couplé par induction**

*Water quality — Determination of 33 elements by inductively coupled
plasma atomic emission spectroscopy*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11885:1996](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f2478d4-704f-4bb0-9da3-a99117a67407/iso-11885-1996>



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 11885 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11885:1996](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f2478d4-704f-4bb0-9da3-a99117a67407/iso-11885-1996>

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

Imprimé en Suisse

Qualité de l'eau — Dosage de 33 éléments par spectroscopie d'émission atomique avec plasma couplé par induction

1 Objet

1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le dosage d'éléments totaux, dissous ou particuliers dans les eaux brutes, potables ou résiduaires. Les éléments concernés sont les suivants:

aluminium, antimoine, arsenic, baryum, béryllium, bismuth, bore, cadmium, calcium, chrome, cobalt, cuivre, fer, plomb, lithium, magnésium, manganèse, molybdène, nickel, phosphore, potassium, sélénium, silicium, argent, sodium, strontium, soufre, étain, titane, tungstène, vanadium, zinc, zirconium.

Le tableau 1 énumère ces éléments ainsi que les longueurs d'ondes recommandées et les limites de détection instrumentale typiques estimées lorsqu'on utilise une technique de nébulisation pneumatique conventionnelle. Les limites de détection réelles de travail dépendent de l'échantillon et étant donné que la matrice de l'échantillon varie, les concentrations peuvent également varier.

En raison des différences existant entre les différents modèles et marques d'instruments satisfaisants, aucune instruction détaillée concernant leur fonctionnement ne peut être fournie. L'opérateur devra donc se référer aux instructions fournies par le fabricant de chaque instrument.

1.2 Interférences

Le tableau 2 énumère les éléments ainsi que les interférences spectrales les plus importantes aux longueurs d'ondes recommandées pour l'analyse.

Plusieurs types d'interférences peuvent conduire à des inexactitudes dans le dosage des éléments à l'état de traces. Elles peuvent se résumer comme suit.

- a) Les interférences spectrales qui se répartissent comme suit:
- 1) recouvrement par la raie spectrale d'un autre élément; ces effets peuvent être compensés en utilisant une correction informatique des données brutes;
 - 2) recouvrement non résolu d'un spectre de bande moléculaire; ces effets peuvent éventuellement être surmontés en sélectionnant une autre longueur d'onde.

Si l'on dispose de l'appareillage approprié, un balayage de longueur d'onde peut être réalisé pour détecter toute éventuelle interférence spectrale.

- b) Les influences du bruit de fond qui se répartissent comme suit:
- 1) bruit de fond émis par des phénomènes continus ou de recombinaison;
 - 2) bruit de fond de la lumière parasite provenant de l'émission de raies d'éléments en concentration élevée.

L'effet des interférences dues au bruit de fond peut être en général compensé par une correction du bruit de fond adjacente à la raie de l'analyte.

Tableau 1 — Longueurs d'onde recommandées et limites de détection types

Élément	Longueur d'onde nm	Limite de détection mg/l	Élément	Longueur d'onde nm	Limite de détection mg/l
Ag	328,068	0,02	Mo	202,030	0,03
	338,289	0,02		204,598	0,05
Al	308,215	0,1	Na	589,592	0,1
	396,152	0,1		588,995	0,02
	167,08	0,04		330,237	0,02
As	193,696	0,1	Ni	231,604	
	197,197	0,1		P	178,287
	189,042	0,08	213,618		0,1
B	208,959	0,005	214,914		0,1
	249,678	0,006	177,428	0,5	
	247,773	0,01	Pb	220,353	0,2
	Ba	233,527		0,004	283,306
455,403		0,002	S	182,036	0,5
493,409		0,003		180,669	0,5
313,042		0,002	Sb	206,833	0,1
234,861		0,005		217,581	0,1
313,107		Se	196,026	0,1	
Bi	223,061		0,04	203,985	0,1
	306,772	0,08	Si	251,611	0,02
Ca	315,887	0,1		212,412	0,02
	317,933	0,01	288,158	0,03	
	393,366	0,002	Sn	235,848	0,1
Cd	214,438	0,01		189,980	0,1
	226,502	0,01	Sr	407,771	0,0005
	228,802	0,01		421,552	0,01
Co	228,616	0,01	460,733	0,1	
	Cr	205,552	0,01	Ti	334,941
267,716		0,01	336,121		0,01
283,563		0,01	337,280		0,01
284,325		0,01	368,520		0,01
Cu	324,754	0,01	V	290,882	0,01
	327,396	0,01		292,402	0,01
Fe	259,940	0,02		310,230	0,01
	238,20			311,071	0,01
K	766,490		W	207,911	0,03
	769,90	2		209,860	0,06
Li	460,286	0,9		239,709	0,06
	670,784	0,002		222,589	0,06
Mg	279,079	0,03		202,998	0,06
	279,553	0,0005		Zn	206,191
	285,213	0,001	213,856		0,005
Mn	257,610	0,002	Zr	343,823	0,01
	293,306	0,02		354,262	0,05
				339,198	

Tableau 2 — Interférences spectrales

Élément	Longueur d'onde nm	Éléments interférents	Élément	Longueur d'onde nm	Éléments interférents
Ag	328,068 338,289	Cr	Mo	202,030 204,598	Al, Fe
Al	308,215 396,152 167,08	Mn, V, Fe Mo, Cu Fe	Na	589,592 588,995 330,237	Ar
As	193,696 197,197 189,042	Fe, Al Fe, Al Al	Ni	231,604	Co
B	208,959 249,678 247,773	Al, Mo Fe, Cr Fe	P	178,287 213,618 214,914 177,428	I Cu, Fe, Mo, Zn Cu, Al, Mg Cu
Ba	233,527 455,403 493,409 313,042 234,861 313,107	Fe, V V Fe	Pb	220,353 283,306	Al, Co, Ti
Bi	223,061 306,772	Cu Fe, V	S	182,036 180,669	Cr, Mo Ca
Ca	315,887 317,933 393,366	Co Fe, V	Sb	206,833 217,581	Cr, Mg, Co, Mn
Cd	214,438 226,502 228,802	Fe Fe As, Co	Se	196,026 203,985	
Co	228,616	Ti	Si	251,611 212,412 288,158	
Cr	205,552 267,716 283,563 284,325	Fe, Mo Mn, V Fe, Mo Fe	Sr	407,771 421,552 460,733	
Cu	324,754 327,396	Ti, Fe	Ti	334,941 336,121 337,280 368,520	Ca, Cr, Si
Fe	259,940 238,20	Co	V	290,882 292,402 310,230 311,071	Co, Cr Fe, Mo Fe, Mo, Cr Fe, Mn, Ti, Cr
K	766,490 769,90	Mg, Ar	W	207,911 209,860 239,709 222,589 202,998	
Li	460,286 670,784	Fe	Zn	206,191 213,856	Cu Cr Cu, Ni, Fe
Mg	279,079 279,553 285,213	Fe	Zr	343,823 354,262 339,198	
Mn	257,610 293,306	Fe, Mo, Cr Al, Fe			

On considère en général que les interférences physiques sont associées aux procédés de transport et de nébulisation de l'échantillon. Des propriétés telles que des modifications dans la viscosité et dans la tension superficielle peuvent engendrer des inexactitudes significatives, surtout lorsqu'il s'agit d'échantillons pouvant contenir des concentrations élevées en matières dissoutes et/ou en acides. Ces types d'interférences seront réduits en diluant l'échantillon et/ou en utilisant la technique des ajouts dosés.

Les interférences chimiques se caractérisent par la formation de composés moléculaires, d'effets d'ionisation et d'effets de vaporisation de matières dissoutes. Ces effets sont atténués en tamponnant la matrice de l'échantillon et en utilisant la méthode des ajouts dosés (voir 8.1.3.2).

Pour chaque matrice nouvelle ou inhabituelle d'échantillon, il convient d'effectuer une série d'essais avant de noter les données relatives à la concentration des éléments analysés.

En analysant une nouvelle matrice d'échantillon, des essais de comparaison peuvent être effectués à l'aide d'autres techniques analytiques, telles que la spectrométrie d'absorption atomique.

Dilution en série — Si la concentration de l'analyte est suffisamment élevée (au moins 10 fois la limite de détection instrumentale après dilution), le résultat de l'analyse de la dilution doit correspondre à 5 % près au dosage d'origine (ou se situer dans une limite de contrôle raisonnable établie pour cette matrice). Si tel n'est pas le cas, on peut suspecter une interférence d'origine chimique ou physique.

Étalonnage par ajouts dosés (voir 8.1.3.2) — Un ajout de dopage par rapport au dosage d'origine, à un niveau minimal de 10 fois la limite de détection instrumentale (100 fois maximum), doit avoir un rendement de 90 % à 110 % ou dans les limites de contrôle établies pour cette matrice. Si tel n'est pas le cas, on peut suspecter un effet de matrice. On peut généralement pallier à cet effet par l'utilisation d'une procédure analytique d'ajouts dosés.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

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 de 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 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 métaux dissous:

Métaux, dans un échantillon d'eau, passant à travers une membrane filtrante de 0,45 µm de porosité.

3.2 métaux particuliers:

Métaux, dans un échantillon d'eau, retenus sur une membrane filtrante de 0,45 µm de porosité.

3.3 métaux totaux:

Concentration de métaux d'un échantillon non filtré après minéralisation (voir 8.2.3); ou somme des concentrations en métaux dissous (voir 8.2.1) et particuliers (voir 8.2.2).

3.4 limite de détection instrumentale:

Concentration, correspondant à un signal déclenché par l'analyte, qui équivaut à trois fois l'écart-type d'une série de dix mesurages répétés d'un signal du blanc réactif à la même longueur d'onde.

3.5 sensibilité:

Pente de la courbe de la relation entre l'intensité de l'émission du signal et la concentration de l'échantillon.

3.6 étalon de vérification de l'instrument:

Étalon multiélément, de concentrations connues, préparé par l'analyste afin de contrôler et de vérifier quotidiennement les performances de l'instrument (voir 5.7).

3.7 échantillon de vérification des interférences:

Solution, contenant à la fois les éléments à rechercher et des éléments interférents, de concentration connue, utilisée pour vérifier le bruit de fond et les facteurs de correction interéléments.

3.8 contrôle indépendant de l'étalonnage:

Solution, provenant d'une origine extérieure, dont les valeurs de concentration sont connues, utilisée pour vérifier les solutions d'étalonnage.

3.9 étalons de référence:

Séries de solutions étalons connues, utilisées par l'analyste pour étalonner l'instrument (c'est-à-dire préparation de la courbe d'étalonnage).

3.10 gamme de linéarité dynamique:

Gamme des concentrations dans laquelle la réponse analytique reste linéaire.

3.11 blanc réactif:

Eau déionisée, contenant la même matrice acide que les solutions d'étalonnage, et qui subit le processus d'analyse complet.

3.12 blanc d'étalonnage:

Eau déionisée, acidifiée avec de l'acide nitrique ou chlorhydrique.

3.13 méthode des ajouts dosés:

Technique analytique impliquant l'ajout d'un volume connu d'étalon à une solution inconnue (voir 8.1.3.2).

3.14 échantillon en double:

Analyse de deux portions du même échantillon.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f2478d4-704f-4bb0-9da3-a99117a67407/iso-11885-1996>

4 Principe

Cette méthode consiste à mesurer l'émission atomique par une technique spectroscopique optique. Les échantillons sont nébulisés et l'aérosol ainsi produit est transporté dans une torche à plasma où se produit l'excitation. Les spectres d'émission atomique des raies caractéristiques sont produits par un plasma induit par haute fréquence. Les spectres sont dispersés par un spectromètre à réseau et l'intensité des raies est évaluée par des détecteurs. Les signaux des détecteurs sont traités et contrôlés par un système informatique. Lors du dosage des éléments à l'état de traces, une correction du bruit de fond est utilisée pour compenser les variations des contributions du bruit de fond.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — La toxicité de chaque réactif utilisé dans la présente méthode n'a pas été défini précisément. Il importe cependant que chaque composé chimique soit traité comme présentant un danger potentiel pour la santé. Il est donc recommandé de réduire au minimum et par tous les moyens possibles le temps d'exposition à ces composés chimiques.

Les méthodes de préparation impliquent l'utilisation d'acides très concentrés, corrosifs et pouvant provoquer des brûlures. Il convient donc de porter lors des manipulations d'acides, des blouses de laboratoire, des gants ainsi que des lunettes de sécurité.

L'acide nitrique émet des vapeurs toxiques. Les digestions, ainsi que tout ajout d'acide aux échantillons, doivent toujours être réalisées sous hotte en raison de possibles dégagements de gaz toxiques.

Il convient que les gaz d'échappement du plasma soient évacués par un système efficace d'extraction des gaz.

5.1 Exigences générales

NOTE — Les solutions mères étalons sont disponibles dans le commerce ou peuvent être préparées à partir de produits chimiques de très haute pureté analytique.

La teneur en composés à analyser de l'eau et des réactifs doit être négligeable comparée aux concentrations à déterminer.

Sauf spécification contraire, tous les sels doivent être séchés pendant 1 h à 105 °C.

5.2 Acide nitrique, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$.

5.3 Peroxyde d'hydrogène (eau oxygénée), H_2O_2 , solution à 30 % en volume.

NOTE — Lors du dosage du phosphore, il convient de veiller à une éventuelle stabilisation du peroxyde d'hydrogène avec l'acide phosphorique, dans la mesure où cela peut affecter le dosage du phosphore.

5.4 Acide sulfurique, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.

5.5 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ mol/l}$.

5.6 Sulfate d'ammonium, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

5.7 Solutions mères d'élément

Ag, Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, S, Sb, Se, Si, Sn, Sr, Ti, B, W, Zn et Zr chacune à une concentration de 1 000 mg/l.

NOTE — Les solutions étalons de référence pour chaque élément pour ICP-AES, avec leurs spécifications respectives, pouvant être utilisées comme solutions mères, sont disponibles dans le commerce. Elles sont préparées suivant des procédures particulières, propres à chaque fabricant. Normalement, ces solutions mères contiennent de l'acide chlorhydrique ou de l'acide nitrique et peuvent se conserver plusieurs mois. La préparation de solutions mères d'élément est indiquée ci-dessous.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52478d4-704f-4bb0-9da3-a99117a67407/iso-11885-1996>

5.8 Solutions étalons multiélément intermédiaires

Préparer ces solutions étalons multiélément dans 5 % d'acide nitrique et 5 % d'acide chlorhydrique en fraction volumique. Afin d'assurer une compatibilité chimique, utiliser les combinaisons données en 5.8.1 à 5.8.6.

Lors de la composition des solutions de référence multiélément, la compatibilité chimique, l'éventuelle hydrolyse des composés initiaux, ainsi que les interférences spectrales doivent être prises en compte. Afin d'éviter des interférences, ajouter aux solutions de référence les réactifs de digestion (par exemple de l'acide nitrique, de l'acide sulfurique ou de l'eau régale).

5.8.1 Solution de référence multiélément I

$\rho(\text{Al, Be, Cd, Co, Cu, Fe, Pb, Li, Mn, Mo, Ni, V, Zn, Bi, Si, Sr, W et Zr}) = 10 \text{ mg/l}$.

Pour chaque élément de cette solution de référence I, transférer respectivement 10 ml \pm 0,1 ml de sa solution mère étalon du commerce à 1 000 mg/l (5.7) dans une fiole jaugée de 1 litre.

Ajouter 50 ml d'acide nitrique (5.2).

Compléter au volume avec de l'eau.

5.8.2 Solution de référence multiélément II

$\rho(\text{Sn, Ti, As, Se, Sb}) = 10 \text{ mg/l}$.

Pour chaque élément de cette solution de référence II, transférer respectivement 10 ml \pm 0,1 ml de sa solution mère étalon du commerce à 1 000 mg/l (5.7) dans une fiole jaugée de 1 litre.

Ajouter 50 ml d'acide nitrique (5.2).

Compléter au volume avec de l'eau.

5.8.3 Solution de référence III

$\rho(\text{Ba}) = 10 \text{ mg/l}$.

Procéder comme indiqué en 5.8.2 en utilisant $10 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ de la solution mère étalon de baryum du commerce à $1\ 000 \text{ mg/l}$.

5.8.4 Solution de référence IV

$\rho(\text{Ag}) = 10 \text{ mg/l}$.

Procéder comme indiqué en 5.8.2 en utilisant $10 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ de la solution mère étalon d'argent du commerce à $1\ 000 \text{ mg/l}$.

5.8.5 Solution de référence V

$\rho(\text{B}) = 10 \text{ mg/l}$.

Procéder comme indiqué en 5.8.2. en utilisant $10 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ de la solution mère étalon de bore du commerce à $1\ 000 \text{ mg/l}$.

Préparer cette solution dans des fioles en polyméthylpentène (PMP).

NOTE — Les solutions de référence III, IV, V, c'est-à-dire de Ba, Ag, B sont connues pour causer des problèmes de précipitation, dans certaines circonstances. Il est donc recommandé de préparer des solutions étalons distinctes.

5.8.6 Solution de référence multiélément VI [ISO 11885:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f2478d4-704f-4bb0-9da3-a99117a67407/iso-11885-1996)

$\rho(\text{Ca, Mg, Na, K, S, P}) = 10 \text{ mg/l}$. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f2478d4-704f-4bb0-9da3-a99117a67407/iso-11885-1996>

Pour chaque élément de cette solution de référence VI, transférer respectivement $10 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ de sa solution mère étalon du commerce à $1\ 000 \text{ mg/l}$ (5.7) dans une fiole jaugée de 1 litre.

Ajouter 10 ml d'acide nitrique (5.2).

Compléter au volume avec de l'eau.

5.9 Solution de blanc réactif

Verser dans un récipient en polyéthylène ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE), 1 ml d'acide nitrique (5.2) et 100 ml d'eau.

6 Appareillage

NOTE — En raison des différences entre les divers modèles et marques d'instruments satisfaisants, il n'est pas possible de fournir d'instructions détaillées concernant leur fonctionnement.

6.1 Spectromètre d'émission atomique avec plasma à couplage inductif, consistant en:

- un spectromètre d'émission atomique contrôlé par ordinateur avec correction du bruit de fond;
- un générateur de hautes fréquences;
- une alimentation gazeuse en argon (de qualité soudage, au minimum).