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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9174:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60ae9f29-c72e-44bd-b3fa-95093459e5db/iso-9174-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60ae9f29-c72e-44bd-b3fa-95093459e5db/iso-9174-1998>



Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Dosage du chrome par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme	2
4	Dosage du chrome par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique	5
Annexe A (informative) Prétraitement et minéralisation d'échantillons de boues et de sédiments		9
Annexe B (informative) Données de fidélité		10

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9174:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60ae9f29-c72e-44bd-b3fa-95093459e5db/iso-9174-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60ae9f29-c72e-44bd-b3fa-95093459e5db/iso-9174-1998>

© ISO 1998

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 iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

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.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La Norme internationale ISO 9174 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9174:1990), dont elle constitue une révision technique.

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

Introduction

Le chrome est présent dans l'eau aux degrés d'oxydation III et VI. Les deux méthodes décrites dans la présente Norme internationale dosent le chrome à ces deux degrés d'oxydation, soit en tant que chrome soluble dans l'acide, soit en tant que chrome soluble dans l'eau, selon le prétraitement de l'échantillon. Le choix de la méthode est fonction de la concentration en chrome dans l'eau à analyser.

L'annexe A donne des informations sur le prétraitement et la minéralisation des échantillons de boues et de sédiments.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9174:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60ae9f29-c72e-44bd-b3fa-95093459e5db/iso-9174-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60ae9f29-c72e-44bd-b3fa-95093459e5db/iso-9174-1998>

Qualité de l'eau — Dosage du chrome — Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes pour le dosage du chrome dans l'eau par spectrométrie d'absorption atomique. Les deux méthodes sont traitées dans des articles distincts, comme suit:

- Article 3: Dosage du chrome par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme;
- Article 4: Dosage du chrome par spectrométrie d'absorption atomique par atomisation électrothermique.

L'article 3 s'applique à l'analyse de l'eau et des eaux résiduaires à des concentrations en chrome comprises entre 0,5 mg/l et 20 mg/l. Lorsque la concentration est inférieure à 0,5 mg/l, le dosage peut être effectué après avoir réduit à faible volume, par évaporation prudente, un échantillon acidifié en prenant soin d'éviter la formation d'un précipité.

NOTE L'évaporation augmentera l'effet des substances interférentes; par conséquent, pour les concentrations inférieures à 0,1 mg/l, il est recommandé d'utiliser la méthode donnée à l'article 4.

L'article 4 s'applique à l'analyse de l'eau et des eaux résiduaires à des concentrations en chrome comprises entre 5 µg/l et 100 µg/l en injectant un volume d'échantillon de 20 µl. Il est applicable au dosage des concentrations plus élevées en opérant sur un plus petit volume d'échantillon.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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 Dosage du chrome par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

3.1 Principe

La méthode est basée sur le mesurage par spectrométrie d'absorption atomique de la teneur en chrome de l'échantillon acidifié dans une flamme oxyde d'azote/acétylène. Le mesurage s'effectue à une longueur d'onde de 357,9 nm. Pour diminuer les interférences de la matrice, l'ajout de sel de lanthane est nécessaire.

3.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Utiliser de l'eau déminéralisée ou de l'eau distillée provenant d'un appareillage tout en verre. L'eau utilisée pour les essais à blanc et pour la préparation des réactifs et des solutions étalons doit avoir une teneur en chrome négligeable en comparaison avec les concentrations les plus faibles à analyser dans les échantillons.

3.2.1 Acide chlorhydrique, HCl, $\rho \approx 1,18$ g/ml.

3.2.2 Acide nitrique, HNO₃, $\rho \approx 1,42$ g/ml.

3.2.3 Acide nitrique, $\alpha(\text{HNO}_3) = 1,5$ mol/l.

Introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml environ 500 ml d'eau, ajouter 100 ml d'acide nitrique (voir 3.2.2) et diluer jusqu'au trait avec de l'eau.

3.2.4 Peroxyde d'hydrogène, H₂O₂, fraction massique de 30 %.

3.2.5 Chlorure de lanthane, (LaCl₃), solution contenant $\rho(\text{La}) = 20$ g/l.

Dissoudre 23,5 g d'oxyde de lanthane, La₂O₃, dans 200 ml d'acide chlorhydrique (voir 3.2.1); diluer à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

AVERTISSEMENT: Prendre des précautions appropriées. La réaction de La₂O₃ avec l'acide chlorhydrique est fortement exothermique.

3.2.6 Solutions de chrome

3.2.6.1 Chrome, solution mère, contenant $\rho(\text{Cr}) = 1,000$ g/l.

Faire sécher une partie de dichromate de potassium (K₂Cr₂O₇) à 105 °C ± 2 °C pendant environ 2 h. Laisser refroidir et dissoudre dans de l'eau 2,825 g ± 0,001 g de dichromate de potassium séché. Ajouter 5 ml ± 1 ml d'acide nitrique (voir 3.2.2) et diluer avec de l'eau à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

1 ml de cette solution mère contient 1,00 mg de chrome.

Conserver cette solution dans des récipients soit en polyéthylène, soit en verre borosilicaté à température ambiante. La solution est stable à température ambiante pendant environ 1 an si elle est stockée à l'obscurité et à un pH entre 1 et 2.

NOTE Des solutions mères de chrome sont disponibles dans le commerce.

3.2.6.2 Chrome, solution étalon, contenant $\rho(\text{Cr}) = 50$ mg/l.

Introduire 50,00 ml ± 0,01 ml de la solution mère de chrome (voir 3.2.6.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 1 ml d'acide nitrique (voir 3.2.2), diluer avec de l'eau jusqu'au trait et mélanger.

Cette solution est stable au moins 1 mois.

3.3 Appareillage

3.3.1 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'une lampe à cathode creuse pour le chrome et d'un brûleur oxyde d'azote/acétylène et utilisé selon les instructions du fabricant. Lors de l'utilisation de la flamme oxyde d'azote/acétylène, il est indispensable de respecter à la lettre les recommandations du fabricant.

3.3.2 Verrerie

Avant utilisation, tremper soigneusement toute la verrerie pendant environ 24 h dans de l'acide nitrique (voir 3.2.3), puis rincer complètement avec de l'eau (voir 3.2).

Si des concentrations basses sont attendues (par exemple, dans les eaux souterraines), il convient de remplir la verrerie d'acide nitrique (voir 3.2.3) jusqu'à l'utilisation.

Ne pas utiliser de la verrerie qui a été nettoyée avec de l'acide chromique.

3.3.3 Membranes filtrantes, d'un diamètre nominal de pore de 0,45 µm, lavées soigneusement à l'acide nitrique (voir 3.2.3) et rincées à l'eau.

3.4 Échantillonnage et préparation des prises d'essai

3.4.1 Généralités

Prélever et conserver les échantillons conformément à l'ISO 5667-2 et à l'ISO 5667-3. Voir aussi l'annexe A.

Conserver les échantillons dans des récipients en polyéthylène à haute densité ou en verre borosilicaté, ces derniers nettoyés au préalable avec de l'acide nitrique (voir 3.2.3) et ensuite rincés à l'eau (voir 3.2).

3.4.2 Chrome soluble dans l'acide

Immédiatement après le prélèvement, traiter les échantillons en ajoutant une quantité suffisante d'acide nitrique (voir 3.2.2) pour ajuster le pH à une valeur comprise entre 1 et 2.

À 90 ml de l'échantillon acidifié, ou à une autre partie aliquote appropriée selon la concentration présumée, ajouter 1 ml de peroxyde d'hydrogène (voir 3.2.4) et 2 ml d'acide nitrique (voir 3.2.2). Porter à ébullition et évaporer à environ 50 ml.

L'échantillon ne doit pas être réduit à sec.

Dans le cas d'échantillons ayant des faibles concentrations en chrome, il convient que la minéralisation soit effectuée dans un autoclave ou un four à micro-ondes.

Il est important de suivre les instructions du fabricant.

À la solution évaporée, ajouter 10 ml d'acide nitrique (voir 3.2.2). Transférer la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Introduire 10 ml de la solution de chlorure de lanthane (voir 3.2.5) dans la fiole; diluer jusqu'au trait avec de l'eau (voir 3.2) et mélanger.

3.4.3 Chrome soluble dans l'eau

Filtrer l'échantillon, dès que possible après le prélèvement, sur une membrane filtrante (voir 3.3.3) et acidifier le filtrat immédiatement avec de l'acide nitrique (voir 3.2.2) pour obtenir un pH situé entre 1 et 2.

Introduire 10 ml de la solution de chlorure de lanthane (voir 3.2.5) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter jusqu'au trait avec le filtrat acidifié ou une autre partie aliquote appropriée, selon la concentration attendue, et mélanger.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage, en utilisant les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnage et le dosage, et en suivant le même mode opératoire, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau.

3.5.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Avant chaque série de dosages, préparer à partir de la solution étalon de chrome (voir 3.2.6.2) au moins cinq solutions d'étalonnage couvrant une gamme de concentrations à déterminer.

Par exemple, introduire au moyen d'une pipette 1,0 ml, 2,5 ml, 5,0 ml, 10,0 ml et 20,0 ml de la solution étalon de chrome (voir 3.2.6.2) dans une série de fioles jaugées de 100 ml. Ajouter à chaque fiole en fonction du prétraitement (voir 3.4.2 et 3.4.3) 10 ml ou 2 ml respectivement d'acide nitrique (voir 3.2.2) et 10 ml de la solution de chlorure de lanthane (voir 3.2.5), diluer jusqu'au trait avec de l'eau et mélanger. Ces solutions correspondent respectivement à des concentrations en chrome de 0,50 mg/l, 1,25 mg/l, 2,50 mg/l, 5,00 mg/l et 10,0 mg/l. Procéder de la même façon pour d'autres gammes de concentration.

3.5.3 Étalonnage

Régler l'appareil selon les instructions du fabricant (longueur d'onde $\lambda = 357,9$ nm) en utilisant une flamme oxyde d'azote/acétylène.

Aspirer une solution d'étalonnage (voir 3.5.2) et optimiser l'aspiration ainsi que les conditions de flamme et la hauteur du brûleur. Régler la réponse de l'appareil de mesure au zéro d'absorbance avec l'eau.

Aspirer, à tour de rôle, les solutions d'étalonnage (voir 3.5.2) et la solution d'essai à blanc (voir 3.5.1). Tracer une courbe en portant les concentrations en chrome des solutions d'étalonnage, en milligrammes par litre, en abscisses, et les valeurs correspondantes de l'absorbance en ordonnées. En alternative, des systèmes de traitement des données peuvent être utilisés pour la concentration contre les absorbances.

3.5.4 Mesurage de la prise d'essai

Aspirer la prise d'essai préparée (voir 3.4.2 ou 3.4.3) dans la flamme et mesurer l'absorbance en chrome. Après chaque mesure, aspirer de l'eau et remettre l'appareil à zéro si nécessaire.

3.6 Expression des résultats

Par référence à la courbe d'étalonnage obtenue (voir 3.5.3), ou selon le traitement des données utilisées, déterminer la concentration en chrome correspondant aux absorbances de la prise d'essai (voir 3.5.4) et de la solution d'essai à blanc (voir 3.5.1).

Calculer la concentration en chrome de l'échantillon par la formule:

$$\rho = \frac{(A_s - A_{so}) \times V_w}{V_p \times b}$$

où

ρ est la concentration en chrome de l'échantillon, en milligrammes par litre;

A_s est l'absorbance de la prise d'essai;

A_{so} est l'absorbance de l'essai à blanc;

V_p est le volume, en millilitres, de l'échantillon acidifié, selon 3.4.2 ou 3.4.3;

b est la sensibilité (pente de la courbe), en litres par milligramme;

V_w est le volume, en millilitres, de la prise d'essai, selon 3.4.2 ou 3.4.3.

Les données de fidélité relatives à cette méthode sont présentées dans le Tableau B.1.

3.7 Interférences

Les ions suivants ont été contrôlés et il a été démontré qu'ils n'interfèrent pas en dessous des concentrations indiquées dans le Tableau 1.

Ces informations sont le résultat des essais effectués en 1984 par un groupe de travail.

Tableau 1 — Ions interférents

Ion	Concentration mg/l	Ion	Concentration mg/l
Sulfate	10 000	Fer	500
Chlorure	12 000	Nickel	100
Sodium	9 000	Cuivre	100
Potassium	9 000	Cobalt	100
Magnésium	2 000	Aluminium	100
Calcium	2 000	Zinc	100

Le résidu sec total de l'échantillon ne doit pas dépasser 15 g/l et il convient que sa conductivité soit inférieure à 2 000 mS/m.

NOTE L'effet des interférences éventuelles peut être déterminé en analysant des échantillons dopés avec du chrome et diverses concentrations de la substance potentiellement interférente en utilisant la méthode des ajouts dosés.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les indications suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) une référence à la méthode utilisée;
- c) l'identification complète de l'échantillon;
- d) les résultats de l'analyse (voir 3.6);
- e) toute autre information utile relative au mode opératoire utilisé.

4 Dosage du chrome par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique

4.1 Principe

Le chrome est dosé directement dans des échantillons acidifiés par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique. L'échantillon est introduit dans un tube en graphite chauffé électriquement et l'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 357,9 nm. Si nécessaire, la technique des ajouts dosés peut être employée.

4.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Utiliser de l'eau déminéralisée ou de l'eau distillée provenant d'un appareillage tout en verre. L'eau utilisée pour les essais à blanc et pour la préparation des réactifs et des solutions étalons doit avoir une teneur en chrome négligeable en comparaison avec les concentrations les plus faibles à analyser dans les échantillons.