
**Qualité de l'eau — Dosage du mercure —
Méthodes après enrichissement par
amalgame**

*Water quality — Determination of mercury — Methods involving
enrichment by amalgamation*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16590:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c95337e-1a1e-49d3-baeb-1fecfd1aea2f/iso-16590-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c95337e-1a1e-49d3-baeb-1fecfd1aea2f/iso-16590-2000>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16590:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c95337e-1a1e-49d3-baeb-1fecfd1aea2f/iso-16590-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c95337e-1a1e-49d3-baeb-1fecfd1aea2f/iso-16590-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Interférences générales	2
4 Dosage du mercure après réduction avec le chlorure d'étain (II) et enrichissement par amalgame	3
5 Dosage du mercure après réduction avec le tétrahydroborate de sodium et enrichissement par amalgame	11
6 Données de fidélité	15
Annexe A (informative) Méthode de digestion par ultrasons	18
Annexe B (informative) Méthode de digestion utilisant un autoclave	19
Annexe C (informative) Méthode de digestion par micro-ondes	20
Bibliographie	22

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16590:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c95337e-1a1e-49d3-baeb-1fecfd1aea2f/iso-16590-2000>

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

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 16590 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, B et C de la présente Norme Internationale sont données uniquement à titre d'information.

La présente Norme internationale est équivalente à l'EN 12338.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c95337e-1a1e-49d3-baeb-1fecfd1aea2f/iso-16590-2000>

Qualité de l'eau — Dosage du mercure — Méthodes après enrichissement par amalgame

AVERTISSEMENT — Le mercure et ses composés sont hautement toxiques. Des précautions extrêmes sont recommandées lors de la manipulation des échantillons et des solutions contenant ou pouvant contenir du mercure.

1 Domaine d'application

La présente Norme Internationale spécifie deux méthodes de dosage du mercure, faisant intervenir le tétrahydroborate de sodium ou le chlorure d'étain (II) comme agent réducteur. Les méthodes conviennent pour le dosage du mercure dans l'eau, par exemple dans les eaux souterraines, les eaux de surface et les eaux usées, dans une gamme de concentrations allant de 0,01 µg/l à 1 µg/l. Des concentrations plus élevées peuvent être déterminées par dilution de l'échantillon d'eau.

La teneur en mercure total de l'eau est déterminée après digestion de l'échantillon. Si le dosage porte uniquement sur les composés solubles du mercure, une étape de filtration au moyen d'un filtre sur membrane de 0,45 µm est effectuée avant la digestion.

Le mercure monovalent ou divalent est réduit à la forme élémentaire par un agent réducteur tel que le chlorure d'étain (II), SnCl₂, ou le tétrahydroborate de sodium, NaBH₄, en milieu acide. Le mercure élémentaire est ensuite entraîné hors de la solution à l'aide d'un courant de gaz inerte ayant une teneur en mercure négligeable, puis transporté sur une large surface en métal précieux, telle qu'une gaze or/platine, sur laquelle le mercure est adsorbé. Le mercure est libéré par chauffage rapide du matériau adsorbant, puis transporté au moyen d'un courant de gaz vecteur vers une cellule de mesurage appropriée. Les absorbances sont mesurées à la longueur d'onde de 253,7 nm dans le faisceau optique d'un spectromètre d'absorption atomique. Les concentrations sont calculées à l'aide d'une courbe d'étalonnage.

Pour décomposer complètement tous les composés du mercure, il est nécessaire de procéder à une digestion. Cette digestion ne peut être omise que s'il est certain que la concentration en mercure peut être mesurée sans ce traitement préalable.

Il convient de rechercher si des problèmes particuliers nécessitent la spécification de conditions particulières supplémentaires, et dans quelle mesure.

Il est absolument essentiel que les essais menés selon la présente Norme Internationale soient effectués par un personnel convenablement qualifié.

Dans les sources d'eaux naturelles, les composés du mercure n'existent généralement qu'en très faibles concentrations, inférieures à 0,1 µg/l. Des concentrations plus élevées peuvent apparaître dans les eaux usées, par exemple. Des composés à la fois organiques et inorganiques peuvent être présents. Le mercure peut s'accumuler dans les sédiments et dans les boues.

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 5667-1:1980, *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 Interférences générales

Lors de l'analyse du mercure, le risque d'adsorption et de désorption sur les parois du récipient de réaction est particulièrement important. Il est donc essentiel de suivre exactement la description donnée en 4.6.

Les vapeurs de mercure peuvent diffuser à travers différentes matières plastiques. Pour cette raison, l'attention est attirée tout particulièrement sur le choix du matériau constitutif des tubes. Les tubes en verre ou en matière plastique spéciale, par exemple les tubes en FEP (FEP: copolymère de perfluoroéthylène/hexafluoropropylène), sont utilisables. Les tubes en silicone, par exemple, ne conviennent pas.

Les substances organiques volatiles peuvent absorber dans le domaine U.V. et être considérées à tort comme du mercure. Ces substances sont, dans la plupart des cas, détruites par ajout de permanganate de potassium jusqu'à l'obtention d'une coloration rouge constante de la solution, puis sont éliminées par aération pendant 10 min au moyen d'un gaz inerte avant la réduction des composés du mercure. Souvent, cette interférence par absorption non spécifique peut également être éliminée par un système de compensation de fond.

Toutes les solutions doivent être amenées à la même température (< 25 °C) avant la réduction et l'entraînement des vapeurs de mercure. La condensation d'eau sur les fenêtres de la cellule de mesure peut être évitée en chauffant cette dernière au moyen d'une lampe à infrarouge, par exemple.

Les interférences dues à la présence d'autres éléments dans la matrice dépendent du choix de l'agent réducteur. Les concentrations en éléments supérieures aux valeurs mentionnées au Tableau 1 peuvent entraîner des résultats trop faibles.

Les interférences dues aux métaux lourds sont moins nombreuses si l'agent réducteur utilisé est le chlorure d'étain (II) et non le tétrahydroborate de sodium. En utilisant des systèmes à flux continu, les interférences dues aux métaux lourds peuvent être inférieures aux valeurs mentionnées dans le Tableau 1.

L'utilisation de chlorure d'étain (II) entraîne une telle contamination de l'appareillage par l'étain qu'il peut se produire des interférences considérables si l'on utilise ensuite du tétrahydroborate de sodium. Des systèmes séparés sont donc utilisés pour la réduction avec le chlorure d'étain (II) et celle avec le tétrahydroborate de sodium.

Tableau 1 — Concentrations acceptables de certains éléments de la matrice présents dans la solution de mesurage

Agent réducteur	NaBH ₄	NaBH ₄	SnCl ₂
Milieu	HCl à 0,5 mol/l	HCl à 5 mol/l + Fe (III) à 0,2 g/l	HCl à 0,5 mol/l
Élément	Concentration acceptable (mg/l)		
Cu (II)	10	10	500
Ni (II)	1	500	500
Ag (I)	0,1	10	1
I ⁻	100	10	0,1
As (V)	0,5	0,5	0,5
Bi(III)	0,05	0,5	0,5
Sb(III)	0,5	0,5	0,5
Se(IV)	0,005	0,05	0,05

4 Dosage du mercure après réduction avec le chlorure d'étain (II) et enrichissement par amalgame

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.1 Gamme de mesure

Cette méthode convient pour le dosage de teneurs en mercure dans le domaine de concentration allant de 0,01 µg/l à 1 µg/l. Des concentrations plus élevées peuvent également être déterminées par dilution de l'échantillon d'eau.

NOTE Les mesurages effectués dans ce domaine de concentration nécessitent l'emploi de réactifs de pureté maximale, de fioles propres, d'une atmosphère de laboratoire exempte de mercure et d'un système de mesurage présentant une très bonne stabilité.

4.2 Principe

Le mercure est réduit à sa forme élémentaire par le chlorure d'étain (II) et transporté dans un courant de gaz inerte ayant une teneur en mercure négligeable, sur une large surface de métal précieux, telle qu'une gaze en or/platine, sur laquelle le mercure est adsorbé.

Le mercure est libéré par chauffage rapide de l'adsorbant, puis transporté dans un courant de gaz vecteur vers la cellule d'absorption, où l'absorbance est mesurée à 253,7 nm.

4.3 Interférences

Voir également article 3.

Les teneurs en iodure > 0,1 mg/l provoquent des interférences dans la détermination, dues à la formation de complexes de mercure. Dans ce cas, utiliser une autre méthode comme la réduction par le tétrahydroborate de sodium (voir article 5).

En raison du potentiel de réduction de la solution de chlorure d'étain (II), divers composés inorganiques du mercure tels que le sulfure de mercure et les composés organiques du mercure, ne peuvent être réduits complètement sans digestion.

4.4 Réactifs

Utiliser des réactifs qui soient au moins de «qualité analytique», ou avec une teneur en mercure la plus faible possible. La teneur en mercure de l'eau et des réactifs doit être négligeable par rapport à la plus faible concentration à déterminer.

4.4.1 Eau, bidistillée ou de pureté équivalente, pour préparer les solutions.

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

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

4.4.4 Acide chlorhydrique, $\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$

4.4.5 Solution de permanganate de potassium.

Dissoudre 50 g de permanganate de potassium, KMnO_4 , dans 1 000 ml d'eau.

4.4.6 Agent stabilisant.

Dissoudre 5 g de bichromate de potassium, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, dans 500 ml d'acide nitrique (4.4.2), et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

AVERTISSEMENT — Le bichromate de potassium est toxique. Il convient d'être prudent lors de la manipulation du matériau solide ou de ses solutions.

4.4.7 Solution de peroxydisulfate de potassium.

Dissoudre 40 g de peroxydisulfate de potassium, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, dans 1 000 ml d'eau.

4.4.8 Solution de chlorure d'hydroxylamine.

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylamine, H_2NOH , HCl dans 100 ml d'eau.

4.4.9 Solution de chlorure d'étain (II).

Dissoudre 5 g de chlorure d'étain (II) dihydraté, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, dans 30 ml d'acide chlorhydrique (voir 4.4.4) et diluer à 100 ml avec de l'eau. Dans le cas de systèmes à flux continu, il est possible d'utiliser une solution de concentration plus faible, de 0,5 g dans 100 ml, par exemple. Préparer cette solution fraîchement chaque jour par dilution dans l'eau, de la solution la plus concentrée.

En cas d'obtention d'une valeur à blanc élevée, purger la solution à l'azote pendant 30 min afin d'éliminer les traces de mercure.

4.4.10 Solution mère de mercure I, $\rho(\text{Hg}) = 100 \text{ mg/l}$.

Dissoudre 108,0 mg d'oxyde de mercure (II), HgO , dans 10 ml de l'agent stabilisant (4.4.6) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. 1 ml de la solution correspond à 0,1 mg de mercure.

Il est possible de préparer la solution mère I à partir d'une solution étalon de mercure disponible dans le commerce. Cette solution est stable pendant environ 1 mois.

4.4.11 Solution mère de mercure II, $\rho(\text{Hg}) = 1 \text{ mg/l}$.

Ajouter 10 ml d'agent stabilisant (4.4.6) à 10 ml de la solution mère I (voir 4.4.10) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. 1 ml de cette solution correspond à 1 μg de mercure. Cette solution reste stable pendant environ une semaine.

4.4.12 Solution étalon de mercure I, $\rho(\text{Hg}) = 100 \mu\text{g/l}$

Ajouter 10 ml d'agent stabilisant (4.4.6) à 100 ml de la solution mère II (4.4.11) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. 1 ml de cette solution correspond à 100 ng de mercure.

Préparer cette solution le jour de son utilisation.

4.4.13 Solution étalon de mercure II, $\rho(\text{Hg}) = 10 \mu\text{g/l}$.

Diluer 1 ml de la solution d'agent stabilisant (4.4.6) et 10 ml de la solution étalon I (4.4.12) dans 100 ml d'eau. 1 ml de cette solution correspond à 10 ng de mercure. Cette solution n'est stable que pendant une courte durée et doit être fraîchement préparée avant son utilisation.

4.4.14 Solution étalon de mercure III, $\rho(\text{Hg}) = 1 \mu\text{g/l}$.

Diluer 1 ml de la solution d'agent stabilisant (4.4.6) et 10 ml de la solution étalon II (4.4.13) dans 100 ml d'eau. 1 ml de cette solution correspond à 1 ng de mercure. La solution doit être préparée fraîchement avant chaque série de mesurages.

4.4.15 Solutions de mercure pour l'étalonnage.

Préparer des solutions d'étalonnage appropriées au volume et aux concentrations en mercure attendues des solutions de mesurage.

Pour la gamme de concentrations allant de 0,01 $\mu\text{g/l}$ à 0,1 $\mu\text{g/l}$, par exemple, procéder de la manière suivante.

- Au moyen d'une pipette, introduire dans chacune des six fioles jaugées de 100 ml, respectivement 1,0 ml, 2,0 ml, 4,0 ml, 6,0 ml, 8,0 ml ou 10 ml de solution étalon de mercure III (4.4.14).
- Ajouter 1 ml de solution d'agent stabilisant (4.4.6) à chaque solution.
- Compléter chaque fiole jusqu'au trait avec de l'eau et mélanger soigneusement.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0,01 $\mu\text{g/l}$, 0,02 $\mu\text{g/l}$, 0,04 $\mu\text{g/l}$, 0,06 $\mu\text{g/l}$, 0,08 $\mu\text{g/l}$ et 0,1 $\mu\text{g/l}$ de mercure. Elles doivent être fraîchement préparées avant chaque série de mesurages.

Pour la gamme de concentrations allant de 0,1 $\mu\text{g/l}$ à 1 $\mu\text{g/l}$, procéder de manière identique en utilisant la solution étalon de mercure II (4.4.13). Dans ce cas, les solutions de référence contiennent respectivement 0,1 $\mu\text{g/l}$, 0,2 $\mu\text{g/l}$, 0,4 $\mu\text{g/l}$, 0,6 $\mu\text{g/l}$, 0,8 $\mu\text{g/l}$ et 1 $\mu\text{g/l}$ de mercure. En cas d'utilisation de plus grands volumes de solution de mesurage, il est nécessaire d'augmenter proportionnellement le volume respectif des solutions de référence ainsi que la quantité de solution étalon ajoutée. Les solutions doivent être fraîchement préparées avant chaque série de mesurages.

Lorsque les mesurages d'étalonnage doivent être effectués en double, préparer une série supplémentaire de solutions.

4.4.16 Solution du blanc réactif.

Préparer un volume de la solution à blanc correspondant à celui de la solution de mesurage, en diluant 10 ml d'agent stabilisant (4.4.6) à 1 000 ml avec de l'eau. Utiliser le même procédé de digestion que pour l'échantillon (voir 4.7). Le blanc réactif doit être inclus dans chaque série d'analyses.

4.4.17 Solution de lavage des gaz.

Dissoudre 2,5 g de chlorure d'étain (II) dihydraté, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ avec 7,5 ml d'acide sulfurique (4.4.3) dans une petite quantité d'eau, puis diluer à 50 ml avec de l'eau.

4.4.18 Solution de lavage de la verrerie.

Diluer 150 ml d'acide nitrique (4.4.2) à 1 000 ml avec de l'eau.

4.5 Appareillage

Toute la verrerie doit être nettoyée soigneusement avant utilisation avec de l'acide nitrique dilué (4.4.18), puis soigneusement rincée plusieurs fois avec de l'eau.

4.5.1 Spectromètre d'absorption atomique (SAA), muni d'un système d'enregistrement approprié. Il est conseillé d'utiliser un système permettant une correction de l'absorption non spécifique.

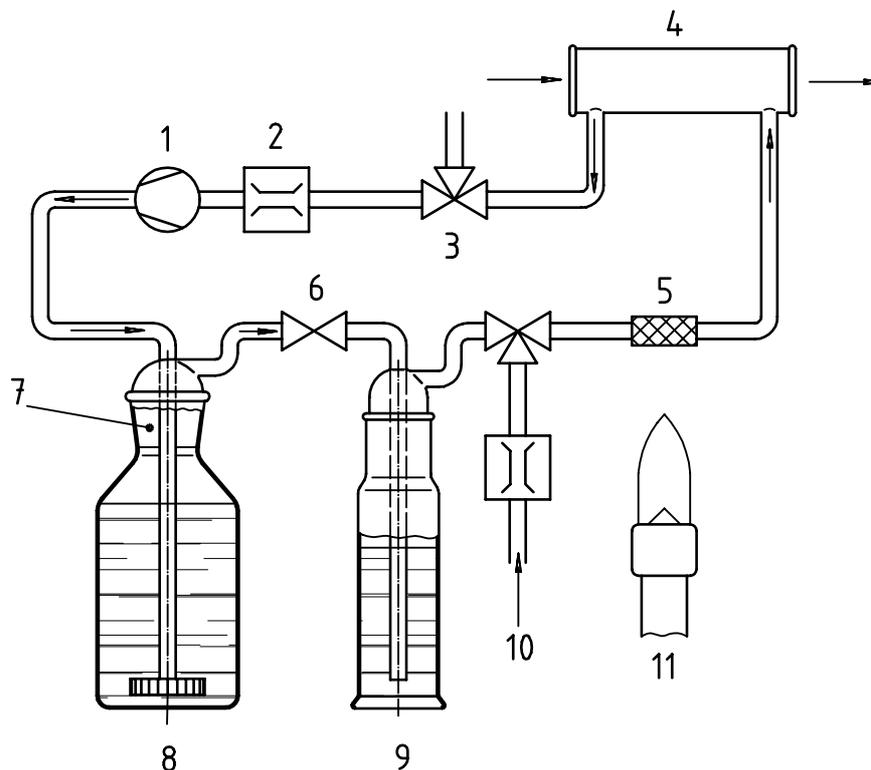
4.5.2 Source de rayonnement, pour le dosage du mercure, par exemple, lampe à cathode creuse ou lampe à décharge sans électrode.

4.5.3 Dispositif complémentaire, comprenant:

- des cellules d'absorption constituées d'un tube de verre ou de quartz, de diamètre intérieur d'environ 2 cm, d'au moins 15 cm de longueur (selon le spectromètre d'absorption atomique), et munies de fenêtres en quartz;
- une pompe de circulation d'air (pompe à membrane, pompe péristaltique, par exemple), ayant un débit de 1 l/min à 2 l/min et munie de tubes en plastique (système fermé);
- une bouteille de gaz inerte (par exemple azote ou argon), avec teneur en mercure négligeable, équipée de régulateur de pression;
- un débitmètre muni de tubes en plastique (voir article 3);
- un récipient de réaction comprenant, par exemple, des ballons à fond plat de 100 ml, 250 ml ou 1 000 ml tels qu'illustrés sur la Figure 1, munis de bouchons en verre rodé, d'un flacon laveur avec verre fritté de porosité 1;
- une source de chaleur destinée à la cellule de mesurage, d'une capacité de chauffage suffisante pour prévenir la condensation d'eau; la température de la cellule de mesurage doit rester constante tout au long de l'analyse;
- un tube de quartz muni d'un élément chauffant et d'un adsorbant en métal précieux (tel qu'une gaze en or/platine);
- un barboteur à gaz de 100 ml, équipé d'une soupape de protection contre les retours;
- un robinet d'arrêt à trois voies.

Un exemple de système fermé est représenté à la Figure 1.

NOTE Il convient d'être vigilant lors du choix des matières plastiques composant les pompes et les tubes (voir article 3). L'usage d'un système à flux continu ou à flux injecté est permis. Il est recommandé de se conformer aux instructions fournies par le fabricant.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Légende

- 1 Pompe de circulation d'air, de débit compris entre 1 l/min et 2 l/min
- 2 Débitmètre
- 3 Robinet d'arrêt à trois voies
- 4 Cellule d'absorption, diamètre intérieur: 2 cm; longueur: 15 cm
- 5 Gaze Au-Pt
- 6 Vanne de protection contre les retours
- 7 Bouchon en verre rodé
- 8 Ballon de réaction de 100 ml, 250 ml ou 1000 ml
- 9 SnCl_2 dans H_2SO_4
- 10 Gaz inerte
- 11 Dispositif chauffant

Figure 1 — Dispositif complémentaire pour le dosage du mercure par le chlorure d'étain (II) et enrichissement par amalgame (système fermé)

4.6 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon

Lors de l'échantillonnage et du prétraitement, les exigences de l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-2 et l'ISO 5667-3 doivent être prises en compte.

Les matériaux appropriés pour les récipients d'échantillonnage sont le verre borosilicaté, le quartz, le polysulfone (PSF) et le copolymère de l'(éthylène/propylène)perfluoré (FEP).

Veiller à ce que le récipient d'échantillonnage soit exempt de mercure et qu'il ne provoque aucune perte de mercure par adsorption.

Pour limiter les pertes dues, par exemple, à l'adsorption sur les parois du récipient, ajouter 10 ml d'agent stabilisant (4.4.6) et compléter à 1 000 ml avec l'échantillon.

L'échantillon doit avoir un pH d'environ 1 et une teinte jaune orangée indiquant un excès de dichromate.