
**Qualité de l'eau — Dosage du
chrome(VI) — Méthode par analyse en
flux (FIA et CFA) et détection
spectrométrique**

*Water quality — Determination of chromium(VI) — Method using flow
analysis (FIA and CFA) and spectrometric detection*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23913:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>



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 23913:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>

© ISO 2006

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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Interférences	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	5
7 Échantillonnage et préparation des échantillons	6
8 Mode opératoire	6
9 Dosage	8
10 Expression des résultats	8
11 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Exemples de systèmes d'analyse en flux pour le dosage du chrome(VI)	10
Annexe B (informative) Caractéristiques de performance	13
Bibliographie	15

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 23913 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

ISO 23913:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>

Introduction

Les méthodes d'analyse en flux permettent l'automatisation des modes opératoires en chimie humide et conviennent tout particulièrement au traitement de grandes séries d'échantillons à une fréquence d'analyse élevée.

L'analyse peut être réalisée avec injection en flux (FIA) [1], [2] ou en flux continu (CFA). Ces deux méthodes ont en commun le dosage automatique de l'échantillon dans un dispositif inséré dans le circuit analytique (à circulation), dans lequel le chrome(VI) présent dans l'échantillon réagit avec les réactifs. La préparation de l'échantillon peut être intégrée dans le circuit analytique. La quantité de produit de réaction est mesurée dans un détecteur (par exemple un photomètre équipé d'une cellule à circulation).

Il est recommandé de considérer si et dans quelle mesure des problèmes particuliers peuvent nécessiter la spécification de conditions limites supplémentaires.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 23913:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 23913:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>

Qualité de l'eau — Dosage du chrome(VI) — Méthode par analyse en flux (FIA et CFA) et détection spectrométrique

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme Internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes: analyse avec injection en flux (FIA) et analyse en flux continu (CFA) pour le dosage du chrome(VI) dans divers types d'eau. Ces méthodes s'appliquent aux domaines de concentration massique suivants:

FIA: 20 µg/l à 200 µg/l et 200 µg/l à 2 000 µg/l pour les eaux de surface, les lixiviats et les eaux résiduares.

CFA: 2 µg/l à 20 µg/l et 20 µg/l à 200 µg/l pour l'eau potable, les eaux de surface, les lixiviats et les eaux résiduares.

Le domaine d'application peut varier en fonction des conditions d'utilisation.

L'eau de mer peut être analysée par ces méthodes si l'on change la sensibilité et si l'on adapte les solutions de réactifs et d'étalonnage à la salinité des échantillons.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

3 Principe

Le chrome(VI) réagit avec le 1,5-diphénylcarbazine (DPC) pour former un complexe rouge-violet de chrome et de 1,5-diphénylcarbazon. L'absorbance de ce complexe est mesurée à 544 nm ± 10 nm (absorbance maximale à 544 nm).

4 Interférences

Des agents réducteurs présents dans l'échantillon peuvent engendrer un biais négatif sur la concentration en chrome(VI).

L'ion nitrite n'interfère pas avec la méthode dans les conditions de réaction.

Les concentrations en sulfure dépassant 0,2 mg/l interfèrent avec la méthode.

Les agents oxydants de désinfection de l'eau potable tels que le chlore, le dioxyde de chlore, l'ozone et le peroxyde d'hydrogène n'interfèrent pas avec la méthode dans la mesure où leur concentration en masse ne dépasse pas les valeurs de concentration indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Concentrations en masse des agents de désinfection ne produisant pas d'interférence significative dans les conditions données de mesurage

Désinfectant	Concentration mg/l
Chlore	0,6
Dioxyde de chlore	0,4
Peroxyde d'hydrogène	0,2
Ozone	0,1

D'autres agents oxydants tels que l'acide peroxyacétique ou le permanganate peuvent interférer avec le dosage du chrome(VI). Cela doit être pris en considération dans les résultats.

Des échantillons fortement alcalins ou tamponnés peuvent engendrer un biais négatif. Cet effet peut être vérifié par l'ajout d'une partie de mélange acide (5.5.1 ou 5.5.2) à trois parties d'échantillon. Ce mélange doit avoir un pH < 1. Une autre solution consiste à prétraiter les échantillons à l'acide (HCl, H₂SO₄) jusqu'à ce que l'essai indiqué ci-dessus donne des résultats suffisants.

Les ions de fer(III) dont la concentration dépasse 10 mg/l interfèrent avec les méthodes. Les ions de fer(III) dont la concentration est comprise entre 10 mg/l et 100 mg/l peuvent engendrer un biais négatif allant jusqu'à 8 %.

Les échantillons colorés ou troubles peuvent engendrer un biais. Pour éviter cela, mesurer de nouveau l'échantillon en remplaçant la solution 5.10 par la solution 5.17 dans la ligne d'alimentation «R2» des Figures A.1 à A.3. Soustraire le résultat de ce mesurage y_s du terme y dans l'Équation (2).

5 Réactifs

Utiliser, sauf spécification contraire, des réactifs de qualité analytique.

5.1 Eau, de qualité 1 comme définie dans l'ISO 3696. Vérifier la valeur du blanc de chrome (voir 8.3).

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

5.3 Acide orthophosphorique, $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4) = 1,71$ g/ml.

5.4 Solution d'agents tensioactifs, éther dodécyl glycol de polyéthylène aqueux, $[\text{HO}-(\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{O})_n\text{C}_{12}\text{H}_{21}]$, avec une fraction massique de 30 %.

5.5 Mélanges acides.

5.5.1 Mélange acide pour FIA, (R1 de la Figure A.1).

Verser 125 ml d'eau (5.1) dans une fiole jaugée de 250 ml. Ajouter 29 ml d'acide sulfurique (5.2) et 31 ml of d'acide orthophosphorique (5.3), homogénéiser et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

Cette solution acidifie le mélange réactionnel passant par le détecteur au pH nécessaire < 1 .

La solution reste stable pendant un an si elle est conservée à température ambiante.

5.5.2 Mélange acide pour CFA, (R1 des Figures A.2 et A.3).

Ajouter 1 ml de solution d'agents tensioactifs (5.4) à 200 ml de mélange acide pour FIA (5.5.1).

La solution reste stable pendant une semaine si elle est conservée à température ambiante.

5.6 1,5-Diphénylcarbazine, $C_{13}H_{14}N_4O$.**5.7 Acétone, C_3H_6O .****5.8 1-Propanol, C_3H_8O .****5.9 Dichromate de potassium, $K_2Cr_2O_7$.****5.10 Solution de diphénylcarbazine, (R2 des Figures A.1 à A.3).**

Dans un bécher de 250 ml dissoudre 0,43 g de 1,5-diphénylcarbazine (5.6) dans 9 ml d'acétone (5.7) et 9 ml de 1-propanol (5.8). Ajouter 125 ml de 1-propanol (5.8). Transférer le mélange dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

La solution reste stable pendant une semaine si elle est conservée entre 2 °C et 6 °C dans un flacon en verre brun.

En cas de précipitation, filtrer la solution.

NOTE L'utilisation d'un mélange d'acétone et de 1-propanol permet de redissoudre les précipités de 1,5-diphénylcarbazine se formant au refroidissement. Différents solvants (acétone, 1-propanol, 2-propanol, éthanol, combinés à de l'eau) sont proposés dans la littérature technique pour préparer la solution de diphénylcarbazine. Ces variantes sont également utilisables pourvu que les solutions restent stables suffisamment longtemps et contiennent la même concentration de 1,5-diphénylcarbazine (5.6) qu'en 5.10.

Dégazer soigneusement, par exemple par filtration sous vide, toutes les solutions réactives avant usage pour le dosage par FIA.

5.11 Solution de flux vecteur pour systèmes de FIA, (C de la Figure A.1).

Utiliser de l'eau (5.1).

Il est recommandé que la solution de flux vecteur et les échantillons aient une acidité identique. Lorsque les échantillons sont utilisés sans conservation, cela signifie qu'il convient d'utiliser de l'eau comme solution de flux vecteur. Selon les Références [5] et [6] de la Bibliographie, il est recommandé d'éviter la conservation par l'acide pour le dosage du chrome en raison du faible taux de récupération.

5.12 Solution mère de chrome(VI), $\rho [Cr(VI)] = 1\,000\text{ mg/l}$.**AVERTISSEMENT — Le dichromate de chrome est cancérigène.**

Dissoudre 2,829 g de dichromate de chrome, $K_2Cr_2O_7$ (5.9) dans de l'eau (5.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au volume avec de l'eau (5.1).

La solution reste stable pendant un an si elle est conservée à température ambiante.

1 ml de cette solution contient 1 mg de Cr(VI).

NOTE Des solutions de chrome(VI) sont disponibles dans le commerce et peuvent être utilisées dans la présente Norme internationale.

5.13 Solution étalon I de chrome(VI), $\rho[\text{Cr(VI)}] = 10 \text{ mg/l}$.

Verser à la pipette 1 ml de solution mère de chrome(VI) (5.12) dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au volume avec de l'eau (5.1).

Préparer cette solution extemporanément. Elle peut être conservée à température ambiante le jour de l'utilisation.

1 ml de cette solution contient 10 μg de Cr.

5.14 Solution étalon II de chrome(VI), $\rho[\text{Cr(VI)}] = 1 \text{ mg/l}$.

Verser à la pipette 10 ml de solution étalon I de chrome(VI) (5.13) dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au volume avec de l'eau (5.1).

Préparer cette solution extemporanément. Elle peut être conservée à température ambiante le jour de l'utilisation.

1 ml de cette solution contient 1 μg de Cr.

5.15 Solution étalon III de chrome(VI), $\rho[\text{Cr(VI)}] = 0,1 \text{ mg/l}$.

Verser à la pipette 10 ml de solution étalon II de chrome(VI) (5.14) dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au volume avec de l'eau (5.1).

Préparer cette solution extemporanément. Elle peut être conservée à température ambiante le jour de l'utilisation.

1 ml de cette solution contient 0,1 μg de Cr.

5.16 Solutions d'étalonnage.

Préparer les solutions d'étalonnage en diluant les solutions 5.13 à 5.15 à la valeur requise. Pour des exemples, voir les Tableaux 2, 3 et 4. Il est recommandé de préparer au moins cinq solutions d'étalonnage par gamme de travail.

Tableau 2 — Exemple de préparation de dix solutions d'étalonnage dans le domaine de concentration en Cr compris entre 2 $\mu\text{g/l}$ et 20 $\mu\text{g/l}$

Volume, en millilitres, de solution étalon III de chrome(VI) (5.15) diluée à 100 ml	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Concentration de chrome dans les solutions d'étalonnage en microgrammes par litre, $\mu\text{g/l}$	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20

Tableau 3 — Exemple de préparation de dix solutions d'étalonnage dans le domaine de concentration en Cr compris entre 20 µg/l et 200 µg/l

Volume, en millilitres, de solution étalon II de chrome(VI) (5.14) diluée à 100 ml	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Concentration de chrome dans les solutions d'étalonnage en microgrammes par litre, µg/l	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200

Tableau 4 — Exemple de préparation de dix solutions d'étalonnage dans le domaine de concentration en Cr compris entre 200 µg/l et 2 000 µg/l

Volume, en millilitres, de solution étalon I de chrome(VI) (5.13) diluée à 100 ml	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Concentration de chrome dans les solutions d'étalonnage en microgrammes par litre, µg/l	200	400	600	800	1000	1200	1400	1600	1800	2000

Préparer les solutions d'étalonnage extemporanément. Elles peuvent être conservées à température ambiante le jour de l'utilisation.

5.17 Solution de mesurage de l'auto-absorbance des échantillons (facultatif pour les échantillons colorés ou troubles).

Dans une fiole jaugée de 250 ml, mélanger 9 ml d'acétone (5.7), 9 ml de 1-propanol (5.8) et 125 ml de 1-propanol (5.8). Compléter au volume avec de l'eau (5.1).

Le mélange reste stable pendant un mois s'il est conservé entre 2 °C et 6 °C.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>

6 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit:

6.1 Analyse par injection en flux (FIA).

Le système se compose généralement des éléments suivants (voir la Figure A.1):

6.1.1 Réservoirs à réactifs.

6.1.2 Pompe à faible pulsation, avec tubes pour pompe adéquats.

6.1.3 Circuit analytique à tubes de transmission, diamètre intérieur 0,5 mm à 0,8 mm, raccords et tés en matériaux chimiquement inertes.

6.1.4 Photomètre à cellule à circulation, longueur d'onde (544 ± 10) nm, optimum pour la longueur d'onde 544 nm.

6.1.5 Système d'affichage des données, tel que microordinateur, imprimante ou traceur, permettant en général d'évaluer les signaux de hauteur de pic.

6.1.6 Changeur d'échantillons, le cas échéant.

6.2 Analyse en flux continu (CFA).

Le système se compose généralement des éléments suivants (voir les Figures A.2 et A.3):