



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 17379-2

ISO/TC 147/SC 2

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2006-04-17

Vote clos le:
2006-09-18

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Qualité de l'eau — Dosage du sélénium —

Partie 2:

Méthode par spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures (GH-SAA)

Water quality — Determination of selenium —

Part 2: Method using hydride generation atomic absorption spectrometry (HG-AAS)

ICS 13.060.50

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 17379-2](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c9ff783-3f79-4b60-bec2-d6008b5b275/iso-dis-17379-2)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c9ff783-3f79-4b60-bec2-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c9ff783-3f79-4b60-bec2-d6008b5b275/iso-dis-17379-2)

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

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/DIS 17379-2](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c9ff783-3f79-4b60-bec2-d6008b5fa275/iso-dis-17379-2)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c9ff783-3f79-4b60-bec2-d6008b5fa275/iso-dis-17379-2>

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe.....	2
4 Interférences	2
5 Réactifs et étalons	3
6 Appareillage et instrumentation.....	5
7 Échantillonnage et préparation des échantillons.....	7
8 Réglage des instruments.....	8
9 Mode opératoire	8
10 Analyse des données et étalonnage.....	10
11 Expression des résultats	11
12 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Informations supplémentaires.....	12
Annexe B (informative) Diagramme de flux schématique et réponse du signal.....	13
Annexe C (informative) Exemple de technique d'enrichissement	15
Annexe D (informative) Données de fidélité	17
Bibliographie	18

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 17379-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'ISO 17379 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Dosage du sélénium*:

- *Partie 1 : Méthode par spectrométrie de fluorescence atomique à génération d'hydrures (HG-AFS)*
- *Partie 2 : Méthode par spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures (HG-AAS)*

Introduction

Il est indispensable que les essais liés à la présente partie de l'ISO 17379 soient réalisés par du personnel qualifié. Il convient que cette méthode soit utilisée par des analystes ayant l'expérience du traitement d'éléments trace présents à de très faibles concentrations.

Le sélénium inorganique est normalement présent dans deux états d'oxydation : Se(VI) et Se(IV). Il est indispensable de convertir toutes les espèces de sélénium en Se(IV) avant la génération d'hydrures. Le sélénium (VI) ne génère pas d'hydrures.

Dans les sources d'eaux naturelles, les composés du sélénium sont souvent présents en quantités très faibles, généralement inférieures à 1 µg/l. On peut trouver des concentrations plus importantes dans les eaux usées industrielles, par exemple. Le sélénium est naturellement présent dans les composés organiques et inorganiques et peut avoir les états de valence -2, 0, 4 et 6.

La décomposition totale de tous les composés du sélénium nécessite un mode opératoire de digestion. La digestion ne peut être omise que si l'on est certain que le sélénium présent dans l'échantillon peut former un hydrures covalent sans nécessiter d'étape de pré-oxydation.

Il convient que l'utilisateur ait à l'esprit que des problèmes particuliers sont susceptibles de nécessiter la spécification de conditions secondaires supplémentaires.

ISO/DIS 17379-2
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c9ff783-3f79-4b60-bec2-d6008b5fa275/iso-dis-17379-2>

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

ISO/DIS 17379-2

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c9ff783-3f79-4b60-bec2-d6008b5fa275/iso-dis-17379-2>

Qualité de l'eau — Dosage du sélénium —

Partie 2:

Méthode par spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures (GH-SAA)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 17379 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 mettre en place 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 indispensable que les essais menés selon la présente partie de l'ISO 17379 le soient par du personnel qualifié.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17379 spécifie une méthode pour le dosage du sélénium. Cette méthode s'applique à l'eau potable, aux eaux de surface, aux eaux souterraines et à l'eau de pluie. La plage d'application de la présente norme s'étend de 0,5 µg/l à 20 µg/l. Les échantillons contenant du sélénium dans des concentrations plus élevées que la plage d'application peuvent être analysés suivant la dilution appropriée [1]. Il est peu probable que cette méthode détecte des composés organosélénés.

La sensibilité de cette méthode dépend des conditions opératoires choisies.

Il est important d'utiliser des réactifs de grande pureté dans tous les cas, avec un niveau minimum de sélénium. La concentration de la solution à blanc doit être inférieure au niveau d'intérêt le plus bas.

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage - Partie 1 : Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage et sur les techniques d'échantillonnage*.

ISO 5667-2, *Qualité de l'eau — Échantillonnage - Partie 2 : Guide général sur les techniques d'échantillonnage*.

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*.

ISO 8466-2, *Qualité de l'eau - Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance - Partie 2 : stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré.*

ISO 15587-1, *Qualité de l'eau - Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau – Partie 1 : Digestion à l'eau régale.*

3 Principe

Les solutions d'échantillon sont traitées avec du tétrahydroborate de sodium afin de générer l'hydrure gazeux covalent (SeH_2). L'hydrure et l'hydrogène en excès sont entraînés hors du récipient où ils ont été générés et à l'intérieur d'une cellule en verre de silice chauffée. Après atomisation, l'absorbance du sélénium est déterminée à une longueur d'onde $\lambda = 196,01 \text{ nm}$. Ce mode opératoire est automatisé au moyen d'un passeur d'échantillons et d'un logiciel de contrôle.

D'autres techniques de mesure peuvent être applicables à condition que le laboratoire utilisateur puisse démontrer de manière appropriée que les critères de performance sont remplis (voir Annexe C).

4 Interférences

La technique de génération d'hydrures est sujette aux interférences dues à la transition et à des métaux facilement réductibles. Pour la majorité des échantillons d'eaux naturelles, ce type d'interférence n'est pas significatif. L'utilisateur doit réaliser des essais de récupération sur des eaux type et déterminer également la concentration maximale d'éléments potentiellement interférents, en utilisant des méthodes appropriées. Si de telles interférences sont constatées, on doit évaluer leur niveau en procédant à des ajouts dosés.

Les conditions de réaction décrites dans la présente norme ont été choisies pour minimiser ces interférences.

Des informations complémentaires sur ces interférences et sur la technique peuvent être tirées de la Bibliographie.

Les éléments suivants : As, Sb, Te, Hg et Sn sont également volatilisés par ce mode opératoire et peuvent causer des interférences en raison de la baisse d'absorption. Ces éléments ne provoqueront pas d'interférence si les concentrations spécifiées dans le Tableau 1 ne sont pas dépassées.

Tableau 1 — Concentration en masse maximale d'éléments formant des hydrures et ne causant pas d'interférence

		Élément				
		As	Sb	Sn	Te	Hg
Concentration en masse d'éléments interférents dans la solution d'essai	[mg/l]	1	1	0,1	1	0,1

Si ces concentrations sont dépassées, il peut être nécessaire d'utiliser la technique de l'ajout dosé (9.3). Si l'on suppose que la teneur en sélénium est suffisamment élevée, il est recommandé de procéder à une dilution appropriée de l'échantillon d'eau.

Les métaux facilement réduits par du tétrahydroborate de sodium peuvent également causer des interférences. Il s'agit entre autres des métaux suivants : chrome, fer, cuivre, nickel et plomb. Si la concentration de ces éléments, spécifiée au Tableau 2, est dépassée, une baisse significative de l'absorption peut se produire.

Tableau 2 — Concentration en masse maximale dans la solution d'essai de métaux lourds interférents (valable pour des systèmes d'analyse en flux)

		Élément interférent				
	Unité	Cr	Fe	Cu	Ni	Pb
Concentration en masse dans la solution d'essai	[mg/l]	500	500	500	250	100

NOTE Si des systèmes d'analyse par lots sont utilisés, les concentrations qui sont sensiblement inférieures en masse à celles spécifiées aux Tableaux 1 et 2 peuvent causer des interférences.

Comme la plupart des solvants organiques (par exemple : alcools, benzène, cétones) causent de graves interférences (suppression de signal), ils doivent être retirés par digestion avant l'analyse.

5 Réactifs et étalons

5.1 Exigences générales

Des réactifs peuvent contenir du sélénium comme impureté. Tous les réactifs doivent présenter des concentrations de sélénium inférieures à celles qui entraîneraient une valeur à blanc de sélénium pour la méthode étant au-dessus du niveau d'intérêt le plus bas.

Les réactifs doivent être préparés selon les recommandations du fabricant, en utilisant la série suivante comme exemple.

5.2 Eau, de qualité 1 suivant l'ISO 3696, pour la préparation et les dilutions de tous les échantillons.

5.3 Acide chlorhydrique, $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$.

5.4 Acide chlorhydrique, $\rho(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

5.5 Tétrahydroborate de sodium, NaBH_4 .

Disponible sous forme de pastilles.

5.6 Hydroxyde de sodium, NaOH .

5.7 Solution de tétrahydroborate de sodium, $\rho(\text{NaBH}_4) = 13 \text{ g/l}$.

Dissoudre $13,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de tétrahydroborate de sodium dans 500 ml d'eau (5.2) et ajouter $4,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'hydroxyde de sodium (5.6). Diluer avec de l'eau (5.2) pour obtenir 1 000 ml de solution. Filtrer la solution sur une membrane de $0,45 \mu\text{m}$ avant utilisation.

Préparer le jour de l'utilisation et ne pas conserver dans un récipient fermé en raison de l'accumulation de pression due à l'évolution de l'hydrogène.

NOTE 1 Les pastilles de tétrahydroborate de sodium stockées correctement ont un délai de péremption de six mois. La concentration de NaBH_4 dépendra des conditions de débit et du manifold du générateur d'hydrures. Se reporter aux recommandations du fabricant.

NOTE 2 Il est également possible de préparer de plus petits volumes au pro rata.

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

NOTE L'acide nitrique est disponible à la fois sous la forme $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$ ($C(\text{HNO}_3) = 650 \text{ g/kg}$) et $\rho(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ g/ml}$ ($C(\text{HNO}_3) = 690 \text{ g/kg}$).

5.8.1 Mélange d'acide nitrique pour nettoyage

Diluer l'acide nitrique (5.8) avec un volume d'eau équivalent (5.2) en ajoutant avec précaution l'acide à l'eau.

5.9 Solution de blanc réactif

Pour obtenir 1 000 ml de solution, préparer une solution contenant $400 \text{ ml} \pm 3 \text{ ml}$ d'acide chlorhydrique (5.3). Diluer au volume avec de l'eau (5.2).

NOTE Sur le système en flux continu, la solution de blanc réactif sert de fond. Comme la solution à blanc peut contenir des quantités de sélénium détectables sous forme de traces, il est important que les mêmes réactifs soient utilisés pour la préparation des échantillons et des étalons ainsi que pour la préparation de la solution de blanc réactif. Le signal de l'analyte se superposera au signal une fois que l'échantillon sera introduit dans le cycle de mesurage.

5.10 Solutions étalons de sélénium

5.10.1 Solution mère de sélénium A, $\rho(\text{Se}) = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Utiliser une solution mère quantitative ayant une teneur en sélénium de $1\,000 \text{ mg/l} \pm 2 \text{ mg/l}$. Cette solution est considérée comme stable pendant au moins un an.

Il est également possible d'utiliser une solution mère préparée à partir de produits chimiques d'une grande pureté.

Placer 1,094 g de sélénite de sodium Na_2SeO_3 préalablement séché pendant 2 h, dans une fiole jaugée de 500 ml.

Ajouter 200 ml d'eau (5.2) et 200 ml d'acide chlorhydrique (5.4), puis agiter pour dissoudre complètement le sélénite de sodium.

Diluer avec de l'eau (5.2) pour obtenir 1 l de solution.

5.10.2 Solution étalon de sélénium B, $\rho(\text{Se(IV)}) = 10 \text{ mg/l}$.

Mesurer avec une pipette $1 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$ de solution mère de sélénium A (5.10.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter $40 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ d'acide chlorhydrique (5.3), puis remplir d'eau (5.2) jusqu'au trait. Cette solution doit être préparée toutes les semaines.

5.10.3 Solution étalon de sélénium C, $\rho(\text{Se(IV)}) = 100 \mu\text{g/l}$.

Mesurer avec une pipette $1 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$ de solution étalon de sélénium B (5.10.2) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter $40 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ d'acide chlorhydrique (5.3), puis remplir d'eau (5.2) jusqu'au trait. Cette solution doit être préparée toutes les semaines.

5.10.4 Solution étalon de sélénium D, $\rho(\text{Se(IV)}) = 10 \mu\text{g/l}$.

Mesurer avec une pipette $10 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ de solution étalon de sélénium C (5.10.3) dans une fiole jaugée en verre borosilicaté de 100 ml. Remplir jusqu'au trait avec la solution de blanc réactif (5.9). Cette solution doit être préparée fraîchement le jour de l'utilisation.

5.10.5 Solution étalon de sélénium E, $\rho(\text{Se(VI)}) = 1\,000\text{ mg/l}$.

Dissoudre $2,392\text{ g} \pm 0,002\text{ g}$ de sélénite de sodium Na_2SeO_4 dans 500 ml d'eau (5.2), puis transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et remplir d'eau (5.2) jusqu'au trait.

Cet étalon doit être utilisé pour préparer un étalon de sélénium (VI) approprié afin de vérifier le taux de récupération du sélénium (VI). La solution est stable pendant au moins six mois.

5.10.6 Solutions d'étalonnage de sélénium

Au minimum cinq solutions d'étalonnage indépendantes doivent être utilisées. L'étalonnage est décrit dans l'ISO 8466-1.

Préparer au minimum cinq solutions d'étalonnage de sélénium à partir de la solution étalon de sélénium C (5.11.3) couvrant le domaine de travail des concentrations de sélénium attendues.

Pour la plage opératoire de $1\text{ }\mu\text{g/l}$ à $5\text{ }\mu\text{g/l}$, par exemple, procéder comme suit :

Mesurer avec une pipette respectivement $1\text{ ml} \pm 0,01\text{ ml}$, $2\text{ ml} \pm 0,02\text{ ml}$, $3\text{ ml} \pm 0,03\text{ ml}$, $4\text{ ml} \pm 0,04\text{ ml}$ et $5\text{ ml} \pm 0,05\text{ ml}$ de solution étalon de sélénium C (5.11.3) dans cinq fioles jaugées de 100 ml.

Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (5.3).

Diluer avec de l'eau (5.2) pour obtenir 100 ml de solution et mélanger vigoureusement.

Laisser reposer la solution pendant au moins 2 h avant de l'utiliser. Cela permettra de s'assurer de la réduction quantitative du sélénium (VI) en sélénium (IV).

Ces solutions d'étalonnage contiennent respectivement $1\text{ }\mu\text{g/l}$, $2\text{ }\mu\text{g/l}$, $3\text{ }\mu\text{g/l}$, $4\text{ }\mu\text{g/l}$ et $5\text{ }\mu\text{g/l}$ de sélénium. Elles doivent être préparées le jour de l'utilisation.

L'utilisation de pipettes à piston est autorisée et permet de préparer des volumes plus faibles de solutions d'étalonnage. Il est également permis d'utiliser des diluteurs.

Une fois qu'un profil d'étalonnage bien établi a été défini, le nombre d'étalons couramment utilisés peut être réduit. Toute modification de ce genre ne doit pas affecter le résultat obtenu suite aux essais ou le classement de l'échantillon par rapport à d'autres.

6 Appareillage et instrumentation

Ce qui suit est donné en guise de lignes directrices. Les instructions du fabricant doivent généralement être respectées.

6.1 Spectromètre d'absorption atomique

Il est recommandé d'utiliser un spectromètre d'absorption atomique équipé d'un système de génération d'hydrures et d'un atomiseur à tube de quartz chauffé ou d'un atomiseur en graphite (muni, de préférence, d'un système de correction du bruit de fond). Des systèmes automatisés d'analyse en flux (analyse avec injection de flux (FIA) ou analyse en flux continu (CFA) pour la génération d'hydrures sont adéquats et plus courants, mais les systèmes d'analyse par lots sont également appropriés. La description ci-dessous suit un régime de flux continu.

6.1.1 Source de rayonnement utilisée pour le dosage du sélénium

Pour le dosage du sélénium, utiliser des lampes à cathode creuse ou des lampes à décharge sans électrode.