
**Qualité de l'eau — Dosage du mercure —
Méthode par spectrométrie de
fluorescence atomique**

*Water quality — Determination of mercury — Method using atomic
fluorescence spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17852:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bcc3ca6-da5a-464d-a2a9-67f7812a40e3/iso-17852-2006)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bcc3ca6-da5a-464d-a2a9-
67f7812a40e3/iso-17852-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bcc3ca6-da5a-464d-a2a9-67f7812a40e3/iso-17852-2006)



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 17852:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bcc3ca6-da5a-464d-a2a9-67f7812a40e3/iso-17852-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bcc3ca6-da5a-464d-a2a9-67f7812a40e3/iso-17852-2006>

© 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

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Principe	2
4	Interférences	2
5	Réactifs et étalons	2
6	Appareillage et instrumentation	5
7	Prélèvement et prétraitement des échantillons	6
8	Réglage des instruments	7
9	Mode opératoire	7
10	Rapport d'essai	8
11	Données de fidélité	9
	Annexe A (informative) Informations complémentaires	10
	Annexe B (informative) Schéma de fonctionnement	11
	Annexe C (informative) Disponibilité des réactifs	12
	Annexe D (informative) Données de fidélité	13
	Bibliographie	14

[ISO 17852:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bcc3ca6-da5a-464d-a2a9-67f7812a40e3/iso-17852-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bcc3ca6-da5a-464d-a2a9-67f7812a40e3/iso-17852-2006>

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 17852 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

La présente Norme internationale est l'équivalent de la Norme européenne EN 13506. La méthode de conservation au dichromate de potassium utilisée dans l'EN 13506 a toutefois été remplacée par une méthode combinée de conservation et de digestion sur site avec comme réactifs du bromure de potassium et du bromate de potassium (voir 5.4).

Introduction

Dans les ressources en eau naturelles, les composés du mercure n'existent généralement qu'à très faibles concentrations (inférieures à 0,1 µg/l). Des concentrations plus élevées peuvent apparaître, par exemple, dans les eaux résiduaires industrielles.

Des composés inorganiques et organiques du mercure peuvent être présents. Le mercure peut également s'accumuler dans les sédiments et les boues.

Un processus de digestion est nécessaire pour décomposer totalement tous les composés du mercure. On ne peut omettre la digestion que si l'on est certain de pouvoir mesurer la concentration en mercure sans ce prétraitement.

L'utilisateur est censé savoir que des problèmes particuliers peuvent nécessiter la spécification de conditions limites supplémentaires.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17852:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bcc3ca6-da5a-464d-a2a9-67f7812a40e3/iso-17852-2006>

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

ISO 17852:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bcc3ca6-da5a-464d-a2a9-67f7812a40e3/iso-17852-2006>

Qualité de l'eau — Dosage du mercure — Méthode par spectrométrie de fluorescence atomique

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale ne prétend pas aborder tous les problèmes de sécurité pouvant découler de 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 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 une méthode de dosage du mercure dans l'eau potable, les eaux de surface, les eaux souterraines et les eaux de pluie.

NOTE Il est permis d'appliquer la présente norme aux eaux résiduelles industrielles et domestiques après une phase de digestion supplémentaire, dans certaines conditions.

La gamme dynamique linéaire potentielle est d'environ 1 ng/l à 100 µg/l. Dans la pratique, la gamme de travail est le plus souvent de 10 ng/l à 10 µg/l.

Les échantillons contenant du mercure à des concentrations plus élevées que la gamme de travail peuvent être analysés après une dilution appropriée de l'échantillon.

La limite de détection de la méthode (x_{DL}) dépend des conditions de fonctionnement et de la gamme d'étalonnage sélectionnées. Avec des réactifs de pureté élevée, il est possible d'obtenir une limite de détection x_{DL} inférieure à 1 ng/l.

L'écart-type relatif est généralement inférieur à 5 % pour des concentrations supérieures à 20 fois la limite de détection de la méthode.

La sensibilité de la présente méthode dépend des conditions de fonctionnement sélectionnées.

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 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour la conception des programmes et des 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*

3 Principe

La fluorescence atomique est un processus d'émission dans lequel les atomes sont excités par absorption d'un faisceau de rayonnement électromagnétique. L'espèce excitée retrouve ensuite son état de base en libérant son énergie excédentaire sous forme de photons. C'est l'intensité des photons qui est mesurée.

Une aliquote d'échantillon est digérée en utilisant du brome et du chlorure de brome (BrCl) générés chimiquement^{[1], [2]}. Ce procédé est connu comme décomposant en mercure(II) toutes les substances organo-mercuriques communément rencontrées. Immédiatement avant de procéder à l'analyse, l'excès de brome est éliminé par l'acide ascorbique (voir A.2).

Les vapeurs de mercure élémentaire sont générées à partir de l'échantillon digéré après réduction par du chlorure d'étain(II), puis sont entraînées de la solution par un flux vecteur d'argon. L'humidité est éliminée en permanence du courant gazeux et les vapeurs de mercure sont détectées par spectrométrie de fluorescence atomique (AFS). Le mode opératoire est généralement automatisé à l'aide d'un échantillonneur automatique et d'un logiciel de contrôle.

4 Interférences

Avec le mercure, il risque de se produire des réactions d'échange, c'est-à-dire d'adsorption et de désorption, sur les parois des cuves d'échantillonnage et des récipients de réaction.

Les vapeurs de mercure peuvent se diffuser à travers différentes matières plastiques, phénomène dont il faut tenir compte lors du choix du matériau des tubes. Il est admis d'utiliser des tubes en verre ou en matière plastique spéciale, comme des tubes en FEP¹⁾. Les tubes en silicone, par exemple, ne conviennent pas.

Des phénomènes de dépression peuvent conduire à l'extinction du signal de fluorescence atomique. Les substances gazeuses dissoutes sont normalement éliminées pendant la phase de digestion.

La présence de vapeur d'eau ou d'aérosol dans la cellule de fluorescence peut entraîner une dépression du signal. Il convient d'éliminer la vapeur d'eau du courant de gaz vecteur à l'aide d'une membrane hygroscopique avant d'introduire le détecteur^[3].

Les anions qui se complexent fortement avec le mercure peuvent entraîner une dépression du signal. Ce sont le sulfure, l'iodure et le bromure. Le réactif au bromure de potassium-bromate de potassium (5.4) n'entraîne pas de dépression du signal s'il est utilisé correctement.

Les métaux nobles, tels que l'or, l'argent et le platine, s'amalgament aux vapeurs de mercure et, de ce fait, peuvent entraîner une dépression du signal.

Les substances organiques volatiles ne causent pas d'interférences avec la méthode par spectrométrie de fluorescence atomique^[4].

5 Réactifs et étalons

Les réactifs et l'eau peuvent contenir du mercure à l'état d'impureté. Pour accroître la sensibilité, utiliser des réactifs ultra-purs ou ceux qui ont une teneur en mercure particulièrement faible par rapport à la concentration en analytes la plus faible.

5.1 Eau d'une pureté conforme aux exigences de qualité 1 selon l'ISO 3696 pour toutes les préparations et dilutions d'échantillons.

1) FEP: éthylène-propylène perfluoré.

5.2 Solution de bromate de potassium, $c(\text{KBr}) = 0,0333 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 1,39 g de bromate de potassium dans 250 ml d'eau (5.1). Si nécessaire, le bromate de potassium peut être purifié en le chauffant dans un four à moufle pendant une nuit à $250^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$.

Cette solution reste stable pendant environ une semaine.

5.3 Solution de bromure de potassium, $c(\text{KBr}) = 0,2 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 5,95 g de bromure de potassium dans 250 ml d'eau (5.1). Si nécessaire, le bromure de potassium peut être purifié par chauffage dans un four à moufle pendant une nuit à $300^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$.

Cette solution reste stable pendant environ un mois.

5.4 Réactif au bromure de potassium-bromate de potassium.

Mélanger des volumes égaux de solutions de bromate de potassium (5.2) et de bromure de potassium (5.3). Un volume total de 200 ml permet la digestion de 100 échantillons.

Préparer ce réactif chaque jour.

NOTE Des ampoules pré-mélangées de solution mère de bromate de potassium-bromure de potassium sont disponibles dans le commerce (voir C.1). Ce réactif s'est révélé ne contenir que des concentrations négligeables en mercure.

Le réactif pré-mélangé peut rester stable de quelques jours à une semaine mais cela doit être vérifié.

5.5 Solution d'acide L-ascorbique, $\rho(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 100 \text{ g/l}$.

Dissoudre 10 g d'acide L-ascorbique dans de l'eau (5.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume.

Cette solution reste stable pendant environ une semaine.

5.6 Acide nitrique, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.

Voir C.2.

5.7 Acide chlorhydrique (HCl), $w(\text{HCl}) = 120 \text{ g/kg}$.

Diluer 167 ml d'acide chlorhydrique très pur $w(\text{HCl}) = 360 \text{ g/kg}$ ($\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$) à 500 ml avec de l'eau (5.1).

5.8 Solution de chlorure d'étain(II), $\rho(\text{SnCl}_2, 2 \text{ H}_2\text{O}) = 20 \text{ g/l}$.

Ajouter 10,0 g de chlorure d'étain(II) dihydraté à 150 ml d'acide chlorhydrique (5.7). Chauffer pour dissoudre. Compléter à 500 ml avec de l'eau (5.1). Pour éliminer toute trace de mercure, faire barboter la solution avec de l'argon, de l'azote ou de l'air, par exemple, à un débit de 2 l/min pendant 15 min.

NOTE L'acide chlorhydrique utilisé pour préparer cette solution peut être de qualité analytique étant donné que le mercure présent sera éliminé par barbotage.

5.9 Blanc réactif.

Pour 100 ml, préparer une solution contenant 15 ml d'acide chlorhydrique (5.7) et 2 ml de réactif au bromure de potassium-bromate de potassium (5.4). Ajouter 100 μl de solution d'acide L-ascorbique (5.5) pour chaque 10 ml préparé^[5]. Il est essentiel d'utiliser pour la préparation de l'échantillon et de l'étalon les mêmes réactifs que pour la préparation du blanc réactif. Traiter le blanc réactif de la même manière qu'un échantillon.

NOTE Pour le système en flux continu, la solution de blanc réactif est utilisée comme échantillon de contrôle pour la soustraction automatique du blanc. Cette solution peut contenir des quantités de mercure détectables au niveau de traces.

5.10 Solutions étalons de mercure

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

Utiliser une solution étalon quantitative du commerce.

Cette solution reste stable pendant au moins six mois.

Utiliser comme alternative une solution mère préparée à partir de produits chimiques de pureté élevée (purs à 99,99/99,999 % en fraction massique). Dissoudre 0,135 4 g de chlorure mercurique (HgCl_2) dans 20 ml d'eau (5.1). Ajouter 5 ml d'acide nitrique (5.6) et compléter à 100 ml.

AVERTISSEMENT — Ne jamais sécher le sel inorganique car il est excessivement toxique.

5.10.2 Solution mère de mercure B, $\rho(\text{Hg}) = 10\text{ mg/l}$.

Diluer 1 ml de solution mère A (5.10.1) à environ 20 ml avec de l'eau (5.1). Ajouter 2 ml de réactif au bromure de potassium-bromate de potassium (5.4) et compléter à 100 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée en verre borosilicaté.

Préparer cette solution chaque semaine.

5.10.3 Solution mère de mercure C, $\rho(\text{Hg}) = 100\text{ }\mu\text{g/l}$.

Diluer 1 ml de solution mère B (5.10.2) à 100 ml avec du blanc réactif (5.9) dans une fiole en verre borosilicaté.

Préparer la solution le jour de son utilisation.

5.10.4 Solution mère de mercure D, $\rho(\text{Hg}) = 1\text{ }\mu\text{g/l}$.

Diluer 1 ml de solution mère C (5.10.3) à 100 ml avec du blanc réactif (5.9) dans une fiole en verre borosilicaté.

Préparer la solution juste avant chaque série de mesurages.

5.10.5 Solutions d'étalonnage

Préparer au moins cinq solutions d'étalonnage de mercure couvrant la gamme de concentration concernée, par dilution en série de la solution mère D (5.10.4). Chaque solution d'étalonnage doit contenir 15 ml d'acide chlorhydrique (5.7) et 2 ml de réactif au bromure de potassium-bromate de potassium (5.4) pour une fiole en verre borosilicaté de 100 ml. Il n'est pas recommandé d'utiliser des fioles en matière plastique si elles sont perméables aux vapeurs de mercure(0).

Préparer ces solutions le jour de l'utilisation.

La matrice de la solution de blanc réactif doit être identique à celle des solutions étalons.

— Pour la gamme de concentration de 10 ng/l à 100 ng/l par exemple, procéder comme suit.

Préparer cinq solutions d'étalonnage à des concentrations de 10 ng/l, 30 ng/l, 50 ng/l, 70 ng/l et 100 ng/l en prenant respectivement 1 ml, 3 ml, 5 ml, 7 ml et 10 ml de la solution mère de mercure D (5.10.4) et diluer précisément à 100 ml avec le blanc réactif (5.9).

— Pour la gamme de concentration allant de 2 ng/l à 20 ng/l, par exemple, procéder comme suit.

Préparer une solution mère de travail de 100 ng/l en prenant 10 ml de la solution mère de mercure D (5.10.4) et diluer précisément à 100 ml avec le blanc réactif (5.9). Préparer cette solution le jour de l'utilisation. À partir de cette solution, préparer, dans des fioles jaugées en verre borosilicaté, une série de solutions d'étalonnage à des concentrations de 2 ng/l, 5 ng/l, 10 ng/l, 15 ng/l et 20 ng/l en diluant précisément 2 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml et 20 ml à 100 ml avec le blanc réactif (5.9).

5.11 Produit de nettoyage à l'acide nitrique.

Diluer l'acide nitrique (5.6) avec un volume égal d'eau (5.1).

5.12 Produit de nettoyage au bromure de potassium-bromate de potassium.

Pour 100 ml, préparer une solution contenant 15 ml d'acide chlorhydrique (5.7) et 2 ml de réactif au bromure de potassium-bromate de potassium (5.4).

Préparer la quantité requise et conserver dans un récipient hermétiquement fermé.

6 Appareillage et instrumentation

6.1 Système de fluorescence atomique

L'Annexe B présente un schéma de fonctionnement d'un exemple de système d'analyse automatique du mercure. Ce système est composé d'un échantillonneur automatique (lorsqu'il est exploité en mode automatique), d'un générateur de vapeur en flux continu, d'un séparateur gaz-liquide, d'un système d'élimination de l'humidité, d'un spectromètre de fluorescence atomique, d'un ordinateur de contrôle et d'une carte d'interface.

6.2 Alimentation en gaz

Utiliser de l'argon de pureté élevée (99,99 %) pour une sensibilité maximale. Il est recommandé d'utiliser un régulateur à deux phases pour l'alimentation en gaz. L'utilisation d'un épurateur de gaz contenant du charbon actif est également recommandée. Il est aussi possible d'utiliser de l'azote gazeux, mais la sensibilité sera alors réduite.

6.3 Élimination de l'humidité

L'élimination de l'humidité est réalisée à l'aide d'une membrane hygroscopique; des détails sont donnés en C.3. Il est possible d'utiliser de l'argon ou de l'azote gazeux (6.2) comme gaz de séchage.

6.4 Matériel de laboratoire

6.4.1 Généralités

Pour le dosage du mercure à des concentrations très faibles, les problèmes de contamination et de perte sont critiques. Les sources de contamination potentielle peuvent être dues à un appareillage de laboratoire mal nettoyé comme à une contamination générale dans l'environnement du laboratoire. Une zone de travail propre du laboratoire, conçue pour la manipulation des échantillons d'éléments traces, doit être utilisée. Elle doit disposer au minimum d'un poste d'air propre. Tout le matériel de laboratoire réutilisable doit être nettoyé avant utilisation. Le matériel de laboratoire doit être trempé dans un produit de nettoyage à l'acide nitrique (5.11) pendant au moins 48 h et être rincé trois fois avec de l'eau. [Ensuite, remplir à nouveau le matériel de laboratoire d'un produit de nettoyage au bromure de potassium-bromate de potassium (5.12) et laisser pendant 24 h. Ajouter un excès de solution d'acide L-ascorbique (5.5) pour éliminer le brome libre, vider et rincer trois fois avec de l'eau.] À condition de démontrer que la contamination de ce matériel par le mercure est négligeable, le matériel de laboratoire en matière plastique jetable (à usage unique) ne nécessite pas de nettoyage spécial. Le matériel de laboratoire propre doit être conservé dans des sacs en plastique à double enveloppe dans une zone propre jusqu'à son utilisation.

6.4.2 Flacons de traitement et de conservation des échantillons

Flacons à col étroit, par exemple en polytétrafluoroéthylène (PTFE), éthylène-propylène perfluoré (FEP), verre borosilicaté ou quartz.