

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5961

Deuxième édition
1994-01-15

Corrigée et réimprimée
1996-02-15

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

*Water quality — Determination of cadmium by atomic absorption
spectrometry*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Numéro de référence
ISO 5961:1994(F)

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.

La Norme internationale ISO 5961 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 5961:1985), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1994

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

Imprimé en Suisse

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

Section 1: Généralités

1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes de dosage du cadmium: par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (section 2), et par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique (section 3).

concentration est comprise entre 0,3 µg/l et 3 µg/l. La gamme de concentration peut être étendue en diluant l'échantillon d'eau ou en utilisant de plus petits volumes de dosage. Le cadmium peut être dosé dans les boues et sédiments après une procédure adéquate de digestion.

1.1.1 Dosage du cadmium dans une flamme air/acétylène

La méthode s'applique à l'analyse des eaux et des eaux usées pour des concentrations de cadmium comprises entre 0,05 mg/l et 1 mg/l. Un dosage à de plus fortes concentrations est possible par dilution de l'échantillon. La gamme de travail de cette méthode peut être étendue à de plus faibles concentrations en procédant à une évaporation minutieuse de l'échantillon, préalablement acidifié à l'aide d'acide nitrique. Le cadmium peut être déterminé dans les boues et sédiments après une procédure de digestion appropriée évitant la formation d'un précipité.

1.1.2 Dosage du cadmium par atomisation électrothermique

La méthode permet de doser le cadmium dans l'eau. Avec un volume de dosage de 10 µl, la gamme de

1.2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

Section 2: Dosage du cadmium par spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme air/acétylène

2.1 Interférences

Les éléments suivants n'interfèrent pas avec la méthode lorsque les concentrations en masse indiquées ci-après ne sont pas dépassées:

Sulfate	10 000 mg/l
Chlorure	10 000 mg/l
Phosphate	10 000 mg/l
Sodium	10 000 mg/l
Potassium	10 000 mg/l
Magnésium	10 000 mg/l
Calcium	3 000 mg/l
Fer	3 000 mg/l
Cuivre	10 000 mg/l
Nickel	3 000 mg/l
Cobalt	10 000 mg/l
Plomb	10 000 mg/l
Silicium	1 000 mg/l
Titane	3 000 mg/l

La salinité de la solution de mesure doit être inférieure à 15 g/l et la conductivité électrique inférieure à 20 000 mS/m. Les échantillons à effets de matrice incertains doivent être étudiés tout spécialement. Leur influence doit être compensée soit par dilution de l'échantillon, soit par la méthode des ajouts dosés (voir 3.6.2.2).

2.2 Principe

Aspiration de l'échantillon acidifié dans la flamme air/acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique. Mesure de la concentration en cadmium à une longueur d'onde de 228,8 nm.

2.3 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente. La teneur en cadmium de l'eau utilisée pour les essais à blanc et la préparation des solutions étalons doit être très faible (négligeable) par rapport à la concentration la plus faible à rechercher dans l'échantillon.

2.3.1 Acide nitrique, $\rho = 1,40$ g/ml.

2.3.2 Peroxyde d'hydrogène, $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$ (m/m).

2.3.3 Solution mère de cadmium I, $\rho(\text{Cd}) = 1\,000$ mg/l.

Dissoudre dans une fiole jaugée de 1 000 ml, $1,000 \text{ g} \pm 0,002 \text{ g}$ de cadmium dans 10 ml d'acide nitrique (2.3.1) et 10 ml d'eau (voir 2.3). Compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans des flacons en verre borosilicaté ou en polyéthylène. La solution reste stable pendant un an.

Ou bien, utiliser une solution étalon de cadmium disponible dans le commerce et contenant $1,000 \text{ g/l} \pm 0,002 \text{ g/l}$ de cadmium.

2.3.4 Solution étalon de cadmium I, $\rho(\text{Cd}) = 10$ mg/l.

À l'aide d'une pipette, transférer 10 ml de la solution mère de cadmium (2.3.3) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 10 ml d'acide nitrique (2.3.1) et compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans des flacons en polyéthylène ou en verre borosilicaté. La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée à température ambiante.

NOTE 1 L'utilisation d'une micropipette permet de préparer une solution étalon de 100 ml.

2.3.5 Solutions d'étalonnage de cadmium

Préparer au moins cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en cadmium attendues.

Par exemple, procéder de la façon suivante pour la gamme de travail de 0,05 mg/l à 1,0 mg/l.

À l'aide d'une pipette, transférer, dans des fioles jaugées de 100 ml, respectivement, 0,5 ml, 2,0 ml, 4,0 ml, 6,0 ml, 8,0 ml et 10,0 ml de la solution étalon de cadmium (2.3.4).

Ajouter 1 ml d'acide nitrique (2.3.1) à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau, et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0,05 mg/l, 0,2 mg/l, 0,4 mg/l, 0,6 mg/l, 0,8 mg/l et 1,0 mg/l de cadmium.

2.3.6 Solution à blanc

À l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, 1 ml d'acide nitrique (2.3.1) et compléter au volume avec de l'eau (voir 2.3).

Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir 2.5.2).

2.3.7 Solution de réglage du zéro de l'appareil

Utiliser de l'eau (voir 2.3) pour régler le zéro de l'appareil. La solution à blanc (2.3.6) peut également être utilisée, à condition que sa concentration en cadmium soit négligeable.

2.4 Appareillage

Immédiatement avant utilisation, laver soigneusement toute la verrerie à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2 mol/l (par exemple, en laissant tremper 24 h). Puis, rincer abondamment à l'eau (voir 2.3). Vérifier, en effectuant des essais à blanc, que toutes les extrémités de pipettes et tous les récipients de plastique à usage unique sont exempts de toute contamination au cadmium (voir 2.6.1).

Matériel courant de laboratoire, et

2.4.1 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un système de correction d'absorption non spécifique et d'une source lumineuse pour le dosage du cadmium, utilisé selon les instructions du fabricant.

2.4.2 Réservoir d'air et d'acétylène. Il est essentiel de respecter scrupuleusement les instructions de sécurité du fabricant. La pression résiduelle de gaz pour les réservoirs à acétylène doit être de 5×10^5 Pa minimum.

2.4.3 Brûleur air/acétylène.

2.4.4 Fioles jaugées, de capacité 10 ml, 100 ml et 1 000 ml.

2.4.5 Pipettes à un trait, de capacité 1 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, 20 ml, 30 ml et 40 ml.

2.4.6 Micropipettes ou dilueurs.

2.4.7 Bêchers, de capacité 250 ml.

2.4.8 Dispositif chauffant, par exemple, plaque chauffante.

2.4.9 Dispositif de filtration à membrane avec filtres, de diamètre de pores 0,45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau.

2.5 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon

Voir ISO 5667-3.

2.5.1 Échantillonnage

Recueillir les échantillons dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

2.5.2 Prétraitement et préparation des solutions d'échantillons

2.5.2.1 Prétraitement pour le dosage du cadmium dissous

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage (2.5.1) sur une membrane de diamètre de pore 0,45 µm.

Pour stabiliser le filtrat, ajouter par exemple 10 ml d'acide nitrique (2.3.1) par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2. Si nécessaire, rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

2.5.2.2 Prétraitement pour le dosage du cadmium après minéralisation

Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1 ml d'acide nitrique (2.3.1) par litre d'échantillon. Si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.

Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.

Introduire 100 ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250 ml. Ajouter 1 ml d'acide nitrique (2.3.1) et 1 ml de peroxyde d'hydrogène (2.3.2).

Chauffer le bécher sur une plaque chauffante afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5 ml.

Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec.