

MINISTERE DU COMMERCE

Arrêté du 20 Rabie El Aouel 1439 correspondant au 9 décembre 2017 rendant obligatoire la méthode de dosage du calcium et du magnésium dans l'eau par spectrométrie d'absorption atomique.

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 17-243 du 25 Dhou El Kaâda 1438 correspondant au 17 août 2017 portant nomination des membres du Gouvernement ;

Vu le décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, relatif au contrôle de la qualité et à la répression des fraudes ;

Vu le décret exécutif n° 02-453 du 17 Chaoual 1423 correspondant au 21 décembre 2002 fixant les attributions du ministre du commerce ;

Vu le décret exécutif n° 11-125 du 17 Rabie Ethani 1432 correspondant au 22 mars 2011 relatif à la qualité de l'eau de consommation humaine ;

Vu le décret exécutif n° 13-328 du 20 Dhou El Kaâda 1434 correspondant au 26 septembre 2013 fixant les conditions et les modalités d'agrément des laboratoires au titre de la protection du consommateur et de la répression des fraudes ;

Vu le décret exécutif n° 17-62 du 10 Jomada El Oula 1438 correspondant au 7 février 2017 relatif aux conditions et aux caractéristiques d'apposition de marquage de conformité aux règlements techniques ainsi que les procédures de certification de conformité ;

Vu l'arrêté interministériel du 22 Dhou El Hidja 1426 correspondant au 22 janvier 2006, modifié et complété, fixant les proportions d'éléments contenus dans les eaux minérales naturelles et les eaux de sources ainsi que les conditions de leur traitement ou les adjonctions autorisées ;

Arrête :

Article. 1er. — En application des dispositions de l'article 19 du décret exécutif n° 90-39 du 3 Rajab 1410 correspondant au 30 janvier 1990, modifié et complété, susvisé, le présent arrêté a pour objet de rendre obligatoire la méthode de dosage du calcium et du magnésium dans l'eau par spectrométrie d'absorption atomique.

Art. 2. — Pour le dosage du calcium et du magnésium dans l'eau par spectrométrie d'absorption atomique, les laboratoires du contrôle de la qualité et de la répression des fraudes et les laboratoires agréés à cet effet doivent employer la méthode jointe en annexe du présent arrêté.

Cette méthode doit être utilisée par le laboratoire lorsqu'une expertise est ordonnée.

Art. 3. — Le présent arrêté sera publié au *Journal officiel* de la République algérienne démocratique et populaire.

Fait à Alger, le 20 Rabie El Aouel 1439 correspondant au 9 décembre 2017.

Mohamed BENMERADI.

ANNEXE

**METHODE DE DOSAGE DU CALCIUM
ET DU MAGNESIUM DANS L'EAU
PAR SPECTROMETRIE D'ABSORPTION
ATOMIQUE**

1. DOMAINE D'APPLICATION :

Cette méthode spécifie une technique de dosage du calcium et du magnésium dissous dans l'eau, par spectrométrie d'absorption atomique.

Elle s'applique à l'analyse des eaux de boisson et des eaux brutes. Elle peut être utilisée également pour des eaux contenant jusqu'à 50 mg/l de calcium et 5 mg/l de magnésium.

Lorsqu'on utilise une flamme acétylène/air avec un facteur de dilution de 1 à 10, comme décrit en (6.1), la gamme de concentrations optimales est de 3 à 50 mg/l pour le calcium et de 0,9 à 5 mg/l pour le magnésium.

2. PRINCIPE :

Dosage par spectrométrie d'absorption atomique après ajout de chlorure de lanthane (si une flamme acétylène/air est utilisée) ou de chlorure de césium (si une flamme acétylène/monoxyde de diazote est utilisée) pour réduire les interférences.

L'absorbance est mesurée à 422,7 nm pour le calcium et à 285,2 nm pour le magnésium.

3. REACTIFS :

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de qualité équivalente (des solutions prêtes à l'emploi, disponibles dans le commerce, peuvent être utilisées).

3.1 Acide chlorhydrique c(HCl) = 1,18 g/ml.

3.2 Acide chlorhydrique c(HCl) = 0,1 mol/l.

Diluer 8 ml d'acide chlorhydrique (3.1) avec 1 litre d'eau.

3.3 Chlorure de lanthane (LaCl₃), solution à 20 g/l.

Dans une fiole jaugée de 1 litre, mettre 24 g d'oxyde de lanthane (La₂O₃) (qualité pour spectrométrie d'absorption atomique). Ajouter lentement et avec précaution, 50 ml d'acide chlorhydrique (3.1), en agitant pour dissoudre l'oxyde de lanthane. Diluer au trait repère avec de l'eau.

3.4 Chlorure de césium(CsCl), solution à 20 g de césium par litre.

Dissoudre 25 g de chlorure de césium dans 1 litre d'acide chlorhydrique (3.2).

3.5 Calcium (Ca), solution mère à 1000 mg/l.

Sécher une portion de carbonate de calcium (CaCO₃) à 180 °C pendant 1 h et laisser refroidir dans un dessiccateur.

Peser 2,5 g \pm 0,01 g du matériau séché et les mettre en suspension dans 100 ml d'eau. Ajouter lentement la quantité, juste nécessaire, d'acide chlorhydrique (3.2) pour dissoudre le carbonate de calcium (approximativement 250 ml). Porter à ébullition pendant quelques minutes pour éliminer le dioxyde de carbone dissous, puis refroidir. Transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 1000 ml et diluer au trait repère avec de l'acide chlorhydrique (3.2).

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène ou en polypropylène.

3.6 Magnésium (Mg), solution mère à 1000 mg/l.

Sécher une portion d'oxyde de magnésium (MgO) à 180 °C pendant 1 h. Peser 1,66 g \pm 0,01 g du matériau séché et dissoudre dans de l'acide chlorhydrique (3.2). Diluer à 1000 ml avec cet acide dans une fiole jaugée.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène.

3.7 Calcium-magnésium, solution étalon correspondant à 20 mg de Ca et à 2 mg de Mg par litre.

A l'aide de pipettes, transférer 20 ml de la solution mère de calcium (3.5) et 2 ml de la solution mère de magnésium (3.6) dans une fiole jaugée de 1000 ml. Compléter au trait repère avec de l'acide chlorhydrique (3.2).

4. Appareillage :

Matériel courant de laboratoire physico-chimique et en particulier, ce qui suit :

Spectromètre d'absorption atomique installé et mis en fonction selon les instructions du fabricant, équipé d'un brûleur approprié pour une flamme acétylène/air ou pour une flamme acétylène/monoxyde de diazote et d'une lampe à cathode creuse pour le dosage du calcium et du magnésium.

Note :

* Nettoyer toute la verrerie avec de l'acide chlorhydrique diluer (1+1) chaud et rincer à l'eau.

* Le choix de la flamme à employer est laissé à l'utilisateur. Il faut souligner que la flamme acétylène/monoxyde de diazote est préférable pour les échantillons à forte teneur en matière dissoute ou qui contiennent des phosphates, des sulfates, de l'aluminium ou de la silice. En général, la flamme acétylène/monoxyde de diazote devrait être employée de préférence si la composition de l'échantillon est complexe ou inconnue.

5. Echantillonnage :

Les échantillons doivent être prélevés dans des bouteilles en polyéthylène ou en polypropylène, propres puis acidifiés, dès que possible, après leur prélèvement, avec 8 ml d'acide chlorhydrique (3.1), afin de réduire le pH et d'éviter la précipitation de carbonate de calcium. Les échantillons doivent être analysés le plus tôt possible après leur prélèvement.

6. Mode opératoire :

6.1 Préparation des échantillons pour essais :

Les échantillons contenant des matières particulières après acidification doivent être filtrés pour éviter le colmatage du brûleur et du nébuliseur.

Préparer un nombre suffisant de fioles jaugées de 100 ml.

Dans chacune d'elles, ajouter :

— 10 ml de solution de chlorure de lanthane (3.3), si une flamme acétylène/air est utilisée ;

— ou 10 ml de la solution de chlorure de césium (3.4), si une flamme acétylène/monoxyde de diazote est utilisée.

A l'aide d'une pipette, ajouter 10 ml de l'échantillon et compléter au volume avec de l'acide chlorhydrique (3.2).

Si les concentrations de calcium ou de magnésium dans l'échantillon pour laboratoire sont supérieures à celles indiquées dans le tableau 1, utiliser un volume d'échantillon approprié plus petit.

6.2 Essai à blanc :

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en utilisant les mêmes réactifs, avec les mêmes quantités et en suivant le même mode opératoire, mais en remplaçant le volume de l'échantillon pour essai utilisé en (6.1) par un volume identique d'eau.

6.3 Préparation de la gamme d'étalonnage :

Ajouter dans une série de sept (7) fioles jaugées de 100 ml :

— 10 ml de solution de chlorure de lanthane (3.3), si une flamme acétylène/air est utilisée ;

— ou 10 ml d'une solution de chlorure de césium (3.4), si une flamme acétylène/monoxyde de diazote est utilisée.

A l'aide de pipettes, ajouter 0 ; 2,5 ; 5 ; 10 ; 15 ; 20 et 25 ml de la solution étalon de calcium-magnésium (3.7) et diluer au trait repère avec de l'acide chlorhydrique (3.2).

Les concentrations des solutions d'étalonnage sont indiquées dans le tableau 2.

Tableau 1 — Longueurs d'onde et les gammes de concentrations optimales

		Calcium	Magnésium
Longueur d'onde (nm)		422,7	285,2
Concentration en élément à doser (mg/l)	Flamme acétylène/air	3 à 50	0,9 à 5
	Flamme acétylène/monoxyde de diazote	2 à 20	0,2 à 2

Tableau 2 — Concentration des solutions d'étalonnage

Volume de la solution étalon de Ca-Mg (ml)	0	2,5	5	10	15	20	25
Concentration en calcium (mg/l)	0	0,5	1	2	3	4	5
Concentration en magnésium (mg/l)	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5

Note : Ces concentrations s'appliquent quand une flamme acétylène/air est utilisée. Pour une flamme acétylène/monoxyde de diazote, il peut être nécessaire d'utiliser d'autres concentrations.

6.4 Etalonnage et détermination :

Effectuer les mesures aux longueurs d'onde indiquées dans le tableau 1 ci-dessus.

Aspirer les solutions d'étalonnage et de l'essai à blanc dans un ordre aléatoire en aspirant une solution de l'acide chlorhydrique (3.2) entre chaque solution. Etablir des courbes d'étalonnage pour le calcium et le magnésium à partir des absorbances mesurées en fonction des concentrations en calcium et en magnésium. Il est essentiel que la courbe d'étalonnage soit linéaire pour les gammes de concentrations indiquées précédemment. Si elle n'est pas linéaire, rechercher les sources d'erreur et y remédier puis répéter l'étalonnage.

Aspirer les solutions d'essai, en aspirant de l'acide chlorhydrique (3.2) entre chaque solution et déterminer les absorbances.

Note :

* Il est de bonne pratique de vérifier la pente des courbes d'étalonnage à des intervalles réguliers (par exemple, tous les 10 échantillons).

* Lorsque la flamme acétylène/air est utilisée, l'interférence des composés réfractaires contenant des phosphates, des sulfates, de l'aluminium ou de la silice, est minimisée par l'ajout de chlorure de lanthane.

* Lorsque la flamme acétylène/monoxyde de diazote est utilisée, les effets d'ionisation sont minimisés par l'ajout de chlorure de césium.

7. Expression des résultats :

Déduire de la courbe d'étalonnage, les concentrations réelles de calcium et de magnésium dans les solutions d'essai et dans l'essai à blanc. À partir de ces valeurs, calculer les concentrations en calcium et en magnésium de l'échantillon initial, en tenant compte du volume d'acide chlorhydrique utilisé pour l'acidification du volume de l'échantillon prélevé (normalement, 10 ml), du volume total de la fiole jaugée (100 ml) et de la valeur de l'essai à blanc, comme suit :

Les concentrations en masse en calcium, $QC_{a,1}$, et en magnésium, $QM_{g,1}$ exprimées en milligrammes par litre (mg/l), sont données par les équations suivantes :

$$QC_{a,1} = QC_{a,2} \frac{f V_1}{V_0}$$

$$QM_{g,1} = QM_{g,2} \frac{f V_1}{V_0}$$

Où

$QC_{a,2}$: est la concentration en calcium, en milligrammes par litre (mg/l), calculée à partir de la courbe d'étalonnage, en tenant compte de la valeur de l'essai à blanc.

$QM_{g,2}$: est la concentration en magnésium, en milligrammes par litre (mg/l), calculée à partir de la courbe d'étalonnage, en tenant compte de la valeur de l'essai à blanc.

f : est le facteur (1,008) de dilution correspondant à l'addition d'acide chlorhydrique (3.1) à l'échantillon pour essai.

V_0 : est le volume en millilitres (ml), de l'échantillon initial (normalement, 10 ml) prélevé pour l'analyse.

V_1 : est le volume, en millilitres (ml), de la fiole jaugée (100 ml), indiquée en (6.1).

Si le résultat doit être exprimé en unités de quantité de matière, c'est-à-dire en millimoles (mmol) par litre, utiliser les équations suivantes :

$$C_{Ca} = \frac{QC_{a,1}}{40,1}$$

$$C_{Mg} = \frac{QM_{g,1}}{24,3}$$

Exprimer les résultats au milligramme (mg) près ou à 0,02 millimole (mmol) près.