Norme internationale ISO 6058

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

Qualité de l'eau — Dosage du calcium — Méthode titrimétrique à l'EDTA

Water quality — Determination of calcium content — EDTA titrimetric method

Première édition — 1984-06-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6058:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab796c2a-2644-4011-9316-237628d7c87a/iso-6058-1984

CDU 543.3 : 543.24 : 546.41 **Réf. nº : ISO 6058-1984 (F)**

Descripteurs : eau, qualité, analyse chimique, dosage, calcium, méthode volumétrique.

Prix basé sur 3 pages

ISO 6058-1984 (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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 6058 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1983.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée:

ISO 6058:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab796c2a-2644-4011-9316-237628d7c9a2/iso-6058-1984

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pays-Bas
Allemagne, R. F.	Finlande	Pologne
Australie	France	Roumanie
Autriche	Hongrie	Royaume-Uni
Belgique	Inde	Suède
Brésil	Iran	Suisse
Canada	Iraq	Tchécoslovaquie
Chine	Italie	Thaïlande
Corée, Rép. de	Japon	URSS
Corée, Rép. dém. p. de	Norvège	
Danemark	Nouvelle-Zélande	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

© **Organisation internationale de normalisation, 1984** ●

Imprimé en Suisse

Qualité de l'eau — Dosage du calcium — Méthode titrimétrique à l'EDTA

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique à l'EDTA pour le dosage du calcium dans les eaux souterraines, les eaux de surface et les eaux de boisson. Elle peut aussi être utilisée pour les eaux résiduaires urbaines et les eaux brutes industrielles, à condition qu'elles ne contiennent pas de métaux lourds en quantités interférentes.

La méthode n'est pas applicable aux eaux de mer et eaux du même type à forte teneur en sels. Elle est applicable aux eaux dont la teneur en calcium varie de 2 à 100 mg/l (0,05 à 2,5 mmol/l).

Pour les eaux contenant plus de 100 mg/l de calcium, une dilution de l'échantillon doit être effectuée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6058:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab796c2a-2644-4011-9316-237628d7c87a/iso-6058-1984

2 Références

ISO 385/1, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales*[1].

ISO 5667, *Qualité de l'eau — Échantillonnage —*

Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.

Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.

Partie 3: Guide général sur la conservation et la manipulation des échantillons.[2]

3 Principe

Titrage des ions calcium avec une solution aqueuse de sel disodique d'acide éthylène-diamine tétraacétique (EDTA) à un pH compris entre 12 et 13. Le HSN, qui forme un complexe rouge avec le calcium, est utilisé comme indicateur. Le magnésium est précipité sous forme d'hydroxyde et n'interfère pas lors du dosage.

Lors du titrage, l'EDTA réagit tout d'abord avec les ions calcium libres, puis avec les ions calcium combinés avec l'indicateur qui vire alors de la couleur rouge à la couleur bleu clair.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

4.1 **Hydroxyde de sodium**, solution 2 mol/l.

Dissoudre 8 g d'hydroxyde de sodium dans 100 ml d'eau fraîchement distillée. Conserver dans une bouteille en polyéthylène.

NOTE — Prendre des précautions afin d'éviter la contamination par le dioxyde de carbone atmosphérique.

4.2 **EDTA**, solution titrée, $c(Na_2EDTA) \approx 10$ mmol/l.

4.2.1 Préparation

Sécher une portion d'EDTA, sel disodique dihydraté ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) à 80 °C pendant 2 h, dissoudre 3,725 g du sel sec dans de l'eau et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

Conserver la solution d'EDTA dans une bouteille en polyéthylène et en vérifier la concentration de temps à autre.

4.2.2 Étalonnage

Étalonner la solution (4.2.1) avec une solution étalon de référence de calcium (4.3) comme spécifié dans le chapitre 7.

Pour l'étalonnage, utiliser 20,0 ml de la solution étalon de référence de calcium (4.3) et diluer à 50 ml avec de l'eau.

4.2.3 Calcul de la concentration

La concentration de la solution d'EDTA, c_1, exprimée en millimoles par litre, est donnée par l'équation

$$c_1 = \frac{c_2 V_1}{V_2}$$

1) Actuellement au stade de projet. (Révision partielle de l'ISO/R 385-1964.)

2) Actuellement au stade de projet.

où

c_2 est la concentration, exprimée en millimoles par litre, de la solution étalon de référence de calcium (4.3);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de référence de calcium (4.3);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA, utilisé pour l'étalonnage.

4.3 Calcium, solution étalon de référence, $c(CaCO_3) = 10$ mmol/l.

Sécher un échantillon de carbonate de calcium pur pendant 2 h à 150 °C et laisser refroidir à la température ambiante dans un dessiccateur.

En introduire 1,001 g dans une fiole conique de 500 ml, et l'humidifier avec de l'eau. Ajouter goutte à goutte de l'acide chlorhydrique à 4 mol/l jusqu'à ce que tout le carbonate soit dissous. Éviter un excès d'acide. Ajouter 200 ml d'eau et porter à ébullition quelques minutes afin d'éliminer le dioxyde de carbone. Refroidir et ajouter quelques gouttes de l'indicateur au rouge de méthyle. Ajouter une solution ammoniacale à 3 mol/l jusqu'à ce que la solution devienne orange. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et amener au volume avec de l'eau distillée.

1 ml de la solution contient 0,400 8 mg (0,01 mmol) de calcium.

NOTE — Des solutions disponibles dans le commerce peuvent être utilisées.

4.4 HSN, indicateur.

Mélanger soigneusement 0,2 g d'acide calcone carboxylique [acide hydroxy-2-(hydroxy-2-sulfo-4-naphtylazo-1)-1-naphtalène carboxylique] ($C_{21}H_{14}N_2O_7S.3H_2O$) et 100 g de chlorure de sodium (NaCl).

NOTE — Cet indicateur est également connu sous le nom d'acide calcone carbonique. Un autre indicateur utilisé pour le dosage du calcium est la calcéine {2,7-bis [*N*, *N*-bis-(carboxyméthyl)-aminométhyl] 2′-7′-fluorescéine} ($C_{30}H_{26}N_2O_{13}$).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

Burette, de 25 ml de capacité, graduée tous les 0,05 ml, conforme aux spécifications de l'ISO/R 385, classe A, ou équipement équivalent.

6 Échantillonnage et échantillons

Les échantillons doivent être prélevés en conformité avec les parties correspondantes de l'ISO 5667.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'échantillon

L'échantillon pour analyse doit contenir entre 2 et 100 mg/l (0,05 et 2,5 mmol/l) de calcium.

Si une concentration supérieure à 100 mg/l (2,5 mmol/l) est attendue, diluer un volume connu de l'échantillon afin de ramener la concentration dans la zone désirée, et noter le facteur de dilution F.

Si les prises d'essai ont été acidifiées pour conservation, les neutraliser avec les quantités calculées de solution d'hydroxyde de sodium (4.1). Dans le calcul des résultats, prendre en considération toute dilution de l'échantillon, ou de la prise d'essai, par l'acide ou l'alcali.

7.2 Dosage

À l'aide d'une pipette, introduire 50,0 ml de l'échantillon préparé dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter 2 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.1) et environ 0,2 g de l'indicateur HSN (4.4).

Mélanger et doser immédiatement. Ajouter la solution d'EDTA tout en continuant d'agiter. Verser lentement en fin de dosage. Le virage est atteint lorsque la couleur devient nettement bleue. La couleur ne doit plus changer avec l'ajout d'une goutte supplémentaire de la solution d'EDTA.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6058:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab796c2a-2644-4011-9316-237628d7c87a/iso-6058-1984

8 Expression des résultats

La teneur en calcium, c_{Ca}, exprimée en millimoles par litre, est donnée par l'équation

$$c_{Ca} = \frac{c_1 V_3}{V_0}$$

où

c_1 est la concentration, exprimée en millimoles par litre, de la solution d'EDTA;

V_0 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA, utilisé pour le dosage.

Si l'on désire exprimer la teneur en calcium, ϱ_{Ca}, celle-ci est donnée, en milligrammes par litre, par l'équation

$$\varrho_{Ca} = \frac{c_1 V_3}{V_0} \times A$$

où A est la masse atomique relative du calcium (40,08).

Si une dilution de l'échantillon a été utilisée, en tenir compte dans le calcul en utilisant le facteur de dilution F.

9 Fidélité

Les résultats obtenus sur un même échantillon par différents laboratoires doivent être identiques, à 5 mg/l près, dans la gamme 30 à 100 mg/l.

10 Interférences

ATTENTION — Le cyanure de sodium est un poison. Prendre les précautions nécessaires en manipulant et en rejetant ce réactif. Les solutions contenant du cyanure de sodium ne doivent pas être acidifiées.

Les métaux tels que l'aluminium, le baryum, le plomb, le fer, le cobalt, le cuivre, le manganèse, l'étain et le zinc interfèrent lors du dosage du calcium, soit parce qu'ils sont dosés en tant que calcium, soit parce qu'ils provoquent un obscurcissement lors du changement de couleur. Les ortho-phosphates à des concentrations supérieures à 1 mg/l précipitent le calcium au pH de titrage. Du carbonate de calcium peut précipiter si le dosage est effectué trop lentement ou si la teneur en calcium est élevée, (supérieure à 100 mg/l ou 2,5 mmol/l).

Les interférences des ions métalliques peuvent être éliminées. L'interférence du fer à des concentrations inférieures ou égales à 30 mg/l peut être éliminée par ajout à l'échantillon, juste avant le dosage, de 250 mg de cyanure de sodium ou de quelques millilitres de triéthanolamine. Le cyanure diminue également les interférences dues au zinc, au cuivre et au cobalt et la triéthanolamine réduit les interférences dues à l'aluminium. S'assurer que la solution est alcaline avant d'ajouter le cyanure de sodium.

Si les interférences ne peuvent être éliminées, utiliser de préférence une méthode par absorption atomique. Une méthode appropriée fera l'objet de l'ISO 7980.

11 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes:

a) la référence de la présente Norme internationale;

b) l'identification complète de l'échantillon;

c) le résultat, en milligrammes par litre, à 1 mg/l près, ou en millimoles par litre, à 0,02 mmol/l près;

d) la préparation de l'échantillon (si nécessaire);

e) toute modification apportée au mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale, ou tout autre incident susceptible d'avoir agi sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6058:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab796c2a-2644-4011-9316-237628d7c87a/iso-6058-1984

Bibliographie

[1] AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATERWORKS ASSOCIATION, WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, JOINT EDITORIAL BOARD. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 15th ed., Denver, Colorado, USA, 1980, p. 185.

[2] SCHWARZENBACH, G. and FLASCHKA, H. *Complexometric Titrations*, 2nd ed., New York, Barnes & Noble, 1969.

[3] WHO. *International Standards for Drinking-Water*, Geneva, World Health Organization, 1971.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6058:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab796c2a-2644-4011-9316-237628d7c87a/iso-6058-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6058:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab796c2a-2644-4011-9316-237628d7c87a/iso-6058-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6058:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab796c2a-2644-4011-9316-237628d7c87a/iso-6058-1984