
Norme internationale



6059

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

Qualité de l'eau — Dosage de la somme du calcium et du magnésium — Méthode titrimétrique à l'EDTA

Water quality — Determination of the sum of calcium and magnesium — EDTA titrimetric method

Première édition — 1984-06-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6059:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac5fb848-1d6f-4c61-8c58-0ba83a3ee324/iso-6059-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac5fb848-1d6f-4c61-8c58-0ba83a3ee324/iso-6059-1984>

CDU 543.3 : 543.24 : 546.41 : 546.46

Réf. n° : ISO 6059-1984 (F)

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

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.

La Norme internationale ISO 6059 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1983.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée:

[ISO 6059:1984](#)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac5fb848-1d6f-4c61-8c58-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac5fb848-1d6f-4c61-8c58-0ba83a30c000/iso-6059-1984)

[0ba83a30c000/iso-6059-1984](#)

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.

Qualité de l'eau — Dosage de la somme du calcium et du magnésium — Méthode titrimétrique à l'EDTA

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique à l'EDTA pour la détermination de la somme des concentrations en calcium et en magnésium dans les eaux souterraines, les eaux de surface et les eaux de boisson.

La méthode n'est pas applicable aux effluents et aux eaux ayant une forte concentration en sels, telles que les eaux de mer. La plus faible teneur qui peut être déterminée est de 0,05 mmol/l.

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

Titration par complexométrie du calcium et du magnésium avec une solution aqueuse de sel disodique d'acide éthylène-diamine tétraacétique (EDTA) à un pH de 10. Le mordant noir 11, qui donne une couleur rouge foncé ou violette en présence des ions calcium et magnésium, est utilisé comme indicateur.

Lors du titrage, l'EDTA réagit tout d'abord avec les ions calcium et magnésium libres en solution puis, au point d'équivalence, avec les ions calcium et magnésium combinés avec l'indicateur, ce qui libère l'indicateur et provoque un changement de couleur de bordeaux ou violet à bleu.

Les résultats sont exprimés en unités de concentration de quantité de matière. Si le calcium a été dosé séparément, la concentration en masse du magnésium peut être déterminée par le calcul.

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 Solution tampon.

Dissoudre 67,5 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl) dans 570 ml de solution ammoniacale [25 % (*m/m*); $\rho_{20} = 0,910$ g/ml]. Ajouter ensuite 5,0 g du sel disodique de magnésium de l'EDTA ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2\text{Mg}$) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène (durée de conservation limitée). Diluer 10 ml de la solution à 100 ml avec de l'eau. Si cette solution n'a pas un pH de $10 \pm 0,1$, rejeter la solution originale.

4.2 EDTA, solution titrée, $c(\text{Na}_2\text{EDTA}) \approx 10$ mmol/l.

4.2.1 Préparation

Sécher une portion d'EDTA, sel disodique dihydraté ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 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 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, $c(\text{CaCO}_3) = 10 \text{ mmol/l}$.

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 Mordant noir 11, indicateur.

Dissoudre 0,5 g de sel de sodium de mordant noir 11 [acide (hydroxy-1 naphtylazo-2) nitro-6 naphthol-2 sulfonique-4] ($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{O}_7\text{SNa}$) dans 100 ml de triéthanolamine [(HOCH_2CH_2)₃N]. Il est possible d'ajouter jusqu'à 25 ml d'éthanol à la place de la triéthanolamine, afin de diminuer la viscosité de la solution.

NOTE — Pour faciliter la détection du point de virage, l'indicateur peut être modifié par addition de 0,17 g de sel méthanil (sel de sodium de l'acide anilido-4 azobenzène-sulfonique). La couleur passe alors du rouge au gris pâle ou au vert.

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 385/1, classe A, ou équivalent similaire.

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 la prise d'essai

Un traitement préliminaire n'est pas nécessaire, sauf pour les échantillons contenant des matières en particules, ceux-ci devant être filtrés sur filtre d'une grosseur de pores de 0,45 µm, dès que possible après collection. Si l'on effectue une filtration, il y a risque d'entraînement du calcium et du magnésium.

Diluer les prises d'essai ayant une concentration totale en calcium et magnésium supérieure à 3,6 mmol/l jusqu'à ce qu'elles soient inférieures à cette concentration et relever 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 à 2 mol/l. 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

7.2.1 À l'aide d'une pipette, introduire 50,0 ml de l'échantillon dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter 4 ml de la solution tampon (4.1) et 3 gouttes de l'indicateur au mordant noir 11 (4.4). La solution doit se colorer en rouge foncé violet, et son pH doit être de $10,0 \pm 0,1$.

Titrer immédiatement à l'aide de la solution d'EDTA (4.2) versée à partir d'une burette (chapitre 5), tout en agitant constamment. Verser rapidement au début du dosage puis lentement vers la fin. Ajouter la solution d'EDTA goutte à goutte dès que la couleur de la solution commence à virer du rouge et du violet au bleu. Le point final de virage est atteint lorsque la dernière nuance rouge a disparu. La couleur ne doit plus changer par addition d'une goutte supplémentaire de la solution d'EDTA.

7.2.2 Titrer un échantillon supplémentaire de la façon suivante.

Introduire 50,0 ml de l'échantillon dans la fiole. Ajouter un volume de la solution d'EDTA inférieur de 0,5 ml à celui versé lors du premier titrage (7.2.1). Ajouter 4 ml de la solution tampon (4.1) et 3 gouttes de l'indicateur au mordant noir 11 (4.4). Titrer goutte à goutte jusqu'à ce que le point de virage soit atteint.

7.2.3 Si le volume de la solution d'EDTA versée est inférieur à 4,5 ml, effectuer un autre titrage en prenant un volume plus grand d'échantillon et augmenter en proportion le volume de solution tampon (4.1) et d'indicateur (4.4).

Si le volume de la solution d'EDTA versée excède 20 ml, effectuer un autre titrage en prenant un plus petit volume d'échantillon. Ajouter de l'eau distillée de façon à ce que le volume initial soit de 50 ml.

8 Expression des résultats

La teneur globale en calcium et en magnésium, $c_{Ca + Mg}$, exprimée en millimoles par litre, est donnée par l'équation

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

où

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

V_0 est le volume, en millilitres, de l'échantillon utilisé (en général 50 ml);

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA, utilisé pour le titrage (voir 7.2.2).

Si une prise d'essai diluée est utilisée, modifier le calcul en conséquence, en utilisant le facteur de dilution F .

Pour le calcul de la dureté, voir l'annexe.

9 Fidélité

La répétabilité de la méthode est de 0,04 mmol/l, correspondant à environ 2 gouttes de la solution d'EDTA.

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 ions métalliques tels que l'aluminium, le baryum, le plomb, le fer, le cobalt, le cuivre, le manganèse, l'étain et le zinc peuvent interférer, soit parce qu'ils sont dosés en même temps que le calcium et le magnésium, soit parce qu'ils provoquent un obscurcissement lors du changement de couleur. Les ions phosphates et carbonates peuvent précipiter le calcium au pH de titrage. Certaines matières organiques peuvent aussi interférer dans le dosage.

L'interférence des ions du fer à des concentrations allant jusqu'à 10 mg/l peut être éliminée par l'ajout de 250 mg de cyanure de sodium à la prise d'essai. Le cyanure diminue également les interférences dues au zinc, au cuivre et au cobalt. 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 l'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:

- la référence de la présente Norme internationale;
- l'identification complète de l'échantillon;
- le résultat, en millimoles par litre, à 0,02 mmol/l près;
- la préparation de l'échantillon (si nécessaire);
- toute modification apportée au mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale, ou tout autre incident susceptible d'avoir agi sur les résultats.

Bibliographie

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

Annexe

Indications relatives à la dureté de l'eau

(Cette annexe ne fait pas partie de la Norme.)

A.0 Introduction

La dureté de l'eau est un concept ancien utilisé pour décrire la teneur en calcium et en magnésium des eaux. On distingue plusieurs types de dureté (dureté totale, dureté due aux carbonates, et autres) et de nombreux pays ont adopté différentes définitions du concept. Quelques définitions sont données dans le chapitre A.1 à titre d'exemples.

A.1 Définitions

A.1.1 dureté totale: Concentration totale en calcium et magnésium.

A.1.2 dureté due aux carbonates: Partie de la dureté totale correspondant à la teneur des eaux en carbonate et hydrogencarbonate.

A.2 Échelles de dureté

A.2.1 Degré de dureté allemand

1 degré de dureté allemand (1 °DH) est la dureté correspondant à une teneur en oxyde de calcium de 10 mg/l ou, en concentration de quantité de matière, 0,178 mmol/l.

NOTE — Les degrés de dureté allemands ne sont plus utilisés.

[ISO 6059:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac5fb848-1d6f-4c61-8c58-0ba83a3ee324/iso-6059-1984)

A.2.2 Degré de dureté anglais

1 degré de dureté anglais (1 °Clark) est la dureté correspondant à une teneur en carbonate de calcium de 1 grain par gallon impérial soit 14,3 mg/l ou, en concentration de quantité de matière, 0,143 mmol/l.

A.2.3 Degré de dureté français

1 degré de dureté français est la dureté correspondant à une teneur en carbonate de calcium de 10 mg/l, ou en concentration de quantité de matière, 0,1 mmol/l.

A.2.4 Degré de dureté américain

Aux États-Unis, la dureté est exprimée en parties par million (ppm) de carbonate de calcium, ou en milligrammes de carbonate de calcium par litre. 1 mg/l de carbonate de calcium correspond à une concentration de quantité de matière de 0,01 mmol/l.

A.3 Table de conversion

La table suivante peut être utile pour la conversion des valeurs de dureté.

			Allemagne	Royaume-Uni	France	États-Unis
		mmol/l	°DH	°Clark	degré F	ppm
	mmol/l	1	5,61	7,02	10	100
Allemagne	°DH	0,178	1	1,25	1,78	17,8
Royaume-Uni	°Clark	0,143	0,80	1	1,43	14,3
France	degré F	0,1	0,56	0,70	1	10
États-Unis	ppm	0,01	0,056	0,070	0,1	1

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6059:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac5fb848-1d6f-4c61-8c58-0ba83a3ee324/iso-6059-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6059:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac5fb848-1d6f-4c61-8c58-0ba83a3ee324/iso-6059-1984>