

NORME INTERNATIONALE

ISO
6332

Deuxième édition
1988-02-15



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

Qualité de l'eau — Dosage du fer — Méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10

Water quality — Determination of iron — Spectrometric method using 1,10-phenanthroline

(standards.iteh.ai)

ISO 6332:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70c44d64-df7b-4d3d-bfef-e7614349b1ee/iso-6332-1988>

Numéro de référence
ISO 6332:1988 (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 normalement 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6332 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

ISO 6332:1988

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6332 : 1982), dont elle constitue une révision technique.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Qualité de l'eau — Dosage du fer — Méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10, pour le dosage du fer dans l'eau et les eaux usées. Les modes opératoires sont décrits pour le dosage

- a) du fer total (somme du fer dissous et non dissous)
 - 1) méthode directe,
 - 2) méthode après minéralisation;
- b) du fer total dissous [somme du fer(II) et du fer(III) dissous];
- c) du fer(II) dissous.

La méthode est applicable pour la détermination de concentrations en fer comprises entre 0,01 et 5 mg/l. Les concentrations plus élevées peuvent être déterminées après dilution appropriée de l'échantillon.

En ce qui concerne les interférences, voir chapitre 10.

2 Référence

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1 : Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*.

3 Principe

Addition d'une solution de phénanthroline-1,10 à une prise d'essai et mesurage photométrique du complexe rouge-orange à une longueur d'onde d'environ 510 nm.

Pour le dosage du fer total et du fer total dissous, du chlorhydrate d'hydroxylamine est ajouté pour réduire le fer(III) en fer(II). Si du fer non dissous, des oxydes de fer ou des complexes du fer sont présents, un prétraitement est nécessaire pour mettre ces composés en solution (voir 7.1.2).

Le complexe fer(II)-phénanthroline-1,10 est stable dans l'intervalle de pH de 2,5 à 9 et l'intensité de la coloration est proportionnelle à la quantité de fer(II) présent. La relation entre la concentration et l'absorbance est linéaire jusqu'à une concentration de 5,0 mg de fer par litre. Le maximum d'absorbance se situe à environ 510 nm [coefficient d'absorption molaire 11×10^3 l/(mol·cm)].

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

L'eau utilisée doit avoir une concentration en fer aussi faible que possible; des concentrations mesurables en fer dans les réactifs sont toutefois tolérées, à condition que la concentration la plus faible à déterminer soit au moins égale à trois fois l'écart-type des résultats prédéterminé de l'essai à blanc. De l'eau déionisée, ou de l'eau distillée dans un appareil entièrement en verre a été trouvée appropriée.

4.1 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml.

4.2 Solution d'acide sulfurique, $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) \approx 4,5$ mol/l.

Ajouter lentement et en agitant énergiquement, 1 volume d'acide sulfurique (4.1) à 3 volumes d'eau, tout en refroidissant.

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

4.4 Solution d'acide chlorhydrique, $\rho = 1,12$ g/ml, $c(\text{HCl}) \approx 7,7$ mol/l.

4.5 Tampon acétate.

Dissoudre 40 g d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) dans l'eau, ajouter 50 ml d'acide acétique cristallisable (CH_3COOH) ($\rho = 1,06$ g/ml) et compléter à 100 ml avec de l'eau.

4.6 Chlorhydrate d'hydroxylamine, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g de chlorhydrate d'hydroxylamine ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Cette solution est stable pendant 1 semaine au moins.

4.7 Solution de phénanthroline-1,10.

Dissoudre 0,5 g de chlorure de phénanthroline-1,10 monohydraté ($\text{C}_{12}\text{H}_9\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Alternativement, dissoudre 0,42 g de phénanthroline-1,10 monohydratée ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dans 100 ml d'eau contenant 2 gouttes de la solution d'acide chlorhydrique (4.4).

Cette solution est stable pendant 1 semaine si elle est conservée à l'obscurité.

4.8 Peroxodisulfate de potassium, solution à 40 g/l.

Dissoudre 4 g de peroxodisulfate de potassium ($K_2S_2O_8$) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Cette solution est stable pendant plusieurs semaines si elle est conservée à température ambiante dans une bouteille en verre foncé.

4.9 Fer, solution mère correspondant à 0,10 g de fer par litre.

Peser 50,0 mg de fil de fer (pureté 99,99 %) dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 20 ml d'eau, 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.4) et chauffer légèrement pour dissoudre. Refroidir et compléter au volume avec de l'eau.

1 ml de cette solution mère contient 0,10 mg de fer.

Cette solution est stable pendant au moins 1 mois si elle est conservée dans une bouteille en verre ou en plastique.

Des solutions mères de fer commerciales peuvent être utilisées.

4.10 Fer, solution étalon I, correspondant à 20 mg de Fe par litre.

Pipetter 100 ml de la solution mère (4.9) dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Préparer cette solution le jour de l'emploi.

4.11 Fer, solution étalon II, correspondant à 1 mg de Fe par litre.

Pipetter 5 ml de la solution étalon I dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Préparer cette solution le jour de l'emploi.

5 Appareillage

Toute la verrerie et flacons de prélèvement doivent être lavés à l'acide chlorhydrique (4.4) et rincés avec de l'eau avant l'emploi.

Matériel courant de l'aboratoire, et

5.1 Spectromètre, à prisme ou à réseau, convenant pour effectuer des mesurages à 510 nm.

5.2 Cuves photométriques, de parcours optique d'au moins 10 mm et convenant pour l'absorbance prévue de la solution d'essai.

NOTE — Des curves de plus grand parcours optique sont préférables pour le dosage du fer à des concentrations inférieures à 1,0 mg/l.

5.3 Filtre à membrane, de dimensions de pore moyenne de 0,45 µm.

5.4 Fiole à oxygène (fiole Winkler), d'une capacité de 100 ml.

6 Échantillonnage et préparation d'échantillons pour essai

AVERTISSEMENT — Des précautions de sécurité appropriées doivent être prises en acidifiant les échantillons, en raison du dégagement éventuel de gaz toxiques.

6.1 Échantillon

Prélever l'échantillon conformément à l'ISO 5667-1 et à toute recommandation spécifique pour le type d'eau examinée. Des récipients appropriés, tels qu'en polyéthylène, doivent être employés.

6.3 Fer total

Acidifier l'échantillon, immédiatement après la prise, à pH 1. En général, 1 ml d'acide sulfurique concentré (4.1) est suffisant pour 100 ml d'échantillon. Si nécessaire, ajuster le pH en ajoutant de l'acide sulfurique concentré (4.2) et tenir compte de toute dilution lors des calculs finals.

6.3 Fer total soluble

Filtrer l'échantillon (6.1) immédiatement après l'échantillonnage.

Acidifier le filtrat à pH 1 [avec environ 1 ml d'acide sulfurique (4.1) pour 100 ml d'échantillon].

6.4 Fer(II)

Introduire 1 ml d'acide sulfurique (4.1) dans une fiole à oxygène (5.4) de 100 ml de capacité. La remplir complètement avec l'échantillon d'eau. Éviter tout contact inutile avec l'air.

7 Mode opératoire

7.1 Fer total

7.1.1 Détermination directe

Prendre comme prise d'essai, 50,0 ml de l'échantillon pour essai acidifié (6.2).

Si l'on se trouve en présence de fer non dissous, d'oxydes de fer ou de complexes du fer, transvaser la prise d'essai (7.1) dans un ballon de 100 ml et effectuer le prétraitement suivant.

7.1.1.1 Oxydation

Ajouter 5 ml de la solution de peroxodisulfate de potassium (4.8) et maintenir à douce ébullition durant environ 40 min, en s'assurant que le volume ne descende pas en dessous de 20 ml. Refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml et compléter au volume avec de l'eau.

NOTE — Le mélange peut également être passé à l'autoclave dans un flacon de 100 ml bouché, pendant 30 min, puis refroidi et dilué à 100 ml. On doit tenir compte de cette dilution dans le calcul du résultat, en multipliant celui-ci par 2.

Si la solution est trouble après oxydation et avant dilution, la filtrer immédiatement sur le filtre à membrane (5.3) et la recueillir

dans une fiole jaugée. Rincer le filtre avec une petite quantité d'eau, en ajoutant les eaux de lavage au filtrat et compléter au volume avec de l'eau.

7.1.1.2 Réduction en fer(II)

Transvaser la solution dans une fiole de 100 ml, ajouter 1 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine (4.6) et mélanger soigneusement. Ajouter 2 ml de tampon acétate (4.5) pour obtenir un pH compris entre 3,5 et 5,5, de préférence 4,5.

NOTE — La réduction du fer(III) en fer(II) a lieu le plus efficacement au pH 1. La solution tampon devrait donc être ajoutée la dernière.

7.1.1.3 Formation du composé d'absorption

Ajouter 2 ml de la solution de phénanthroline-1,10 (4.7) à la solution provenant de 7.1.1.2 et conserver à l'obscurité pendant 15 min.

7.1.1.4 Mesurage spectrométrique

Mesurer l'absorbance de la solution provenant de 7.1.1.2 à l'aide du spectromètre (5.1) à 510 nm, en utilisant de l'eau dans la cuve de référence.

7.1.2 Fer total après minéralisation

Introduire 50,0 ml de l'échantillon pour essai acidifié (6.2) dans un bécher de 100 ml, ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.3), 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et porter le mélange à 70 — 80 °C jusqu'à mise en solution complète. Après environ 30 min, ajouter 2 ml d'acide sulfurique (4.1) et réduire la solution jusqu'à apparition de fumées blanches de trioxyde de soufre. Éviter l'évaporation par ébullition à sec. Refroidir à température ambiante et ajouter 20 ml d'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Poursuivre comme décrit en 7.1.1.2 à 7.1.1.4.

7.2 Détermination du fer dissous

Prendre comme échantillon pour essai, 50,0 ml de l'échantillon (6.3) et le transvaser dans une fiole de 100 ml.

Poursuivre comme spécifié en 7.1.1.2 à 7.1.1.4.

7.3 Détermination du fer(II)

Prendre comme échantillon pour essai, 50,0 ml de l'échantillon (6.4) et le transvaser dans une fiole de 100 ml.

Poursuivre comme spécifié en 7.1.1.2, sans addition de chlorhydrate d'hydroxylamine.

Poursuivre comme spécifié en 7.1.1.3 et 7.1.1.4.

Éviter autant que possible le contact avec l'air.

7.4 Essai à blanc

Préparer une solution pour l'essai à blanc, en suivant exactement le même mode opératoire que pour l'échantillon pour essai, mais en remplaçant les 50 ml de la prise d'essai par 50 ml d'eau.

7.5 Étalonnage

7.5.1 Préparation des solutions étalons

Préparer une série de solutions étalons de fer pour couvrir une gamme de concentrations correspondant à la concentration présumée en fer de l'échantillon, en transvasant des volumes exactement connus appropriés des solutions étalons (4.10) et (4.11) dans une série de fioles jaugées de 50 ml de capacité. Ajouter 0,5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2) à chaque fiole et compléter au volume avec de l'eau.

Traiter une série de solutions étalons d'une façon similaire aux solutions d'essai, suivant le mode opératoire approprié pour chaque forme de fer à doser (voir 7.1 à 7.3).

7.5.2 Tracé des courbes d'étalonnage

Pour chaque série de solutions étalons, établir une courbe d'étalonnage en portant la concentration en fer de la solution d'essai, en milligrammes par litre, en abscisse, et l'absorbance mesurée correspondante, en ordonnée.

Une courbe d'étalonnage séparée doit être établie pour chaque forme de fer, pour chaque appareil et pour chaque longueur du parcours optique des cuves.

7.5.3 Fréquence de l'étalonnage

Contrôler périodiquement la courbe d'étalonnage, notamment lorsque de nouveaux réactifs sont utilisés.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

La concentration en fer de l'échantillon, ρ , exprimée en milligrammes par litre, de l'échantillon, est donnée par la formule

$$f(A_1 - A_0)$$

où

f est la pente de la courbe d'étalonnage appropriée (7.5.2);

A_1 est l'absorbance de la solution d'essai (7.1.1.4);

A_0 est l'absorbance de la solution d'essai à blanc (7.4).

NOTE — Il y a lieu de tenir compte, dans le calcul, du volume d'acide sulfurique ajouté à l'échantillon.

8.2 Présentation des résultats

Reporter les résultats en indiquant la forme de fer déterminée

a) à 0,001 mg/l près, pour des concentrations en fer comprises entre 0,010 et 0,100 mg/l;

b) à 0,01 mg/l près, pour des concentrations en fer supérieures à 0,100 mg/l et jusqu'à 10 mg/l;

c) à 0,1 mg/l près, pour des concentrations en fer supérieures à 10 mg/l.

9 Fidélité

Voir le tableau.

Tableau — Données statistiques sur la répétabilité de la méthode

Concentration en fer mg/l	Laboratoire	Parcours optique ¹⁾ mm	Valeur moyenne de 30 résultats mg/l	Écart-type mg/l
0,010	1	100	0,010	0,002
	2	—	0,010	0
	3	50	0,010	0,001
	4	10	0,010	0,011
	5	—	0,010	0,000
0,040	5	—	0,041	0,002
0,050	1	100	0,046	0,005
	2	—	0,048	0,004
	3	—	0,045	0,004 6
	4	10	0,048	0,011
0,100	1	50	0,104	0,015
	2	—	0,102	0,004
	3	—	0,096	0,006
	4	10	0,101	0,014
	5	—	0,099	0,006
0,500	1	50	0,48	0,025
	2	—	0,500	0,012
	3	—	0,494	0,005
	4	10	0,498	0,016
1,000	1	10	0,97	0,05
	2	—	1,003	0,008
	3	—	1,009	0,006
	4	10	1,004	0,019
	5	—	1,018	0,004
2,000	1	10	2,05	0,07
	3	—	2,016	0,008
	4	10	1,994	0,017
4,000	1	10	4,02	0,08
	3	—	3,989	0,013
	4	10	3,968	0,033
	5	—	4,003	0,019
5,000	1	10	5,01	0,07
	5	—	5,032	0,015

1) Si le parcours optique n'est pas indiqué, c'est que le parcours optique n'a pas été spécifié par le laboratoire.

10 Interférences

Comparativement à d'autres méthodes utilisant différents réactifs, le dosage du fer à l'aide de la phénanthroline-1,10 est relativement exempt d'interférences. Il y a lieu de noter ce qui suit.

Le cuivre, le cobalt, le chrome et le zinc interfèrent s'ils sont présents à des concentrations égales à dix fois celle du fer. Le nickel interfère s'il est présent à des concentrations supérieures à 2 mg/l. Ces interférences sont évitées en ajustant le pH entre 3,5 et 5,5.

Le bismuth, l'argent et le mercure interfèrent à des concentrations supérieures à 1 mg/l. Le cadmium interfère à des concentrations supérieures à 50 mg/l.

Les cyanures interfèrent, mais sont généralement éliminés par acidification de l'échantillon, sauf dans le cas de certains cyanures complexes, où l'étape de minéralisation indiquée en 7.1.2 est recommandée.

AVERTISSEMENT — L'acidification d'échantillons contenant des ions cyanures ou sulfures doit se faire avec précaution, en raison de la formation de vapeurs excessivement toxiques.

L'acidification de l'échantillon transforme également les pyrophosphates et les polyphosphates qui n'interfèrent pas si la concentration en PO_4^{3-} est inférieure à deux fois celle du fer. À de plus fortes concentrations, une minéralisation, telle que décrite en 7.1.2, est recommandée.

11 Procès-verbal d'essai

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

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- méthode utilisée pour l'élimination des interférences;
- tous détails particuliers éventuels relevés au cours du dosage;
- toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou considérées comme facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6332:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70c44d64-df7b-4d3d-bfef-e7614349b1ee/iso-6332-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6332:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70c44d64-df7b-4d3d-bfef-e7614349b1ee/iso-6332-1988>

CDU 543.33 : 543.42

Descripteurs : eau, qualité, analyse chimique, dosage, fer, fer total, méthode spectrométrique.

Prix basé sur 4 pages
