
Norme internationale



7393/1

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

**Qualité de l'eau — Dosage du chlore libre et du chlore total —
Partie 1: Méthode titrimétrique à la
N,N-diéthylphénylène-1,4 diamine**

Water quality — Determination of free chlorine and total chlorine — Part 1: Titrimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1985-09-15

ISO 7393-1:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/619c2423-042d-4ac2-958b-bd1d35dec9a4/iso-7393-1-1985>

CDU 543.3 : 543.24 : 546.13

Réf. n° : ISO 7393/1-1985 (F)

Descripteurs : eau, qualité, analyse chimique, dosage, chlore, 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 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 7393/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

[ISO 7393-1:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/619c2423-042d-4ac2-958b-bd1d35dec9a4/iso-7393-1-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/619c2423-042d-4ac2-958b-bd1d35dec9a4/iso-7393-1-1985>

Qualité de l'eau — Dosage du chlore libre et du chlore total —

Partie 1: Méthode titrimétrique à la *N,N*-diéthylphénylène-1,4 diamine

0 Introduction

L'ISO 7393 comprend actuellement les parties suivantes:

Partie 1: Méthode titrimétrique à la *N,N*-diéthylphénylène-1,4 diamine.

Partie 2: Méthode colorimétrique à la *N,N*-diéthylphénylène-1,4 diamine, destinée aux contrôles de routine.

Partie 3: Méthode titrimétrique par iodométrie pour le dosage du chlore total.¹⁾

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7393 spécifie une méthode titrimétrique pour le dosage du chlore libre et du chlore total dans l'eau.

L'eau de mer et les eaux contenant des bromures et des iodures constituent un groupe pour lequel des procédés particuliers sont nécessaires.^[2]

La méthode est applicable à des concentrations en chlore total, exprimées en chlore (Cl_2) de 0,000 4 à 0,07 mmol/l (0,03 à 5 mg/l) et à des concentrations plus élevées par dilution de l'échantillon. Pour les concentrations supérieures à 0,07 mmol/l, l'ISO 7393/3 peut être aussi utilisée.

Dans l'annexe A, un mode opératoire est décrit pour la différenciation du chlore combiné du type monochloramine, du chlore combiné du type dichloramine, et du chlore combiné sous la forme de trichlorure d'azote.

Plusieurs composés influencent le dosage décrit dans la présente partie de l'ISO 7393. Les interférences sont indiquées dans les chapitres 7 et 9.

2 Définitions (voir tableau 1)

Dans le cadre de la présente partie de l'ISO 7393, les définitions suivantes sont applicables.

2.1 chlore libre: Chlore présent sous la forme d'acide hypochloreux, d'ion hypochlorite ou de chlore élémentaire dissous.

2.2 chlore combiné: Fraction du chlore total présente sous la forme de chloramines et de chloramines organiques.

2.3 chlore total: Chlore présent sous la forme de chlore libre ou de chlore combiné ou l'ensemble des deux.

2.4 chloramines: Dérivés de l'ammoniac par substitution d'un, deux ou trois atomes d'hydrogène par des atomes de chlore (monochloramine NH_2Cl , dichloramine NHCl_2 , trichlorure d'azote NCl_3) et tous les dérivés chlorés des composés organiques azotés tels que dosés par la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 7393.

3 Principe

3.1 Dosage du chlore libre

Réaction directe avec la *N,N*-diéthylphénylène-1,4 diamine (DPD) et formation d'un composé rouge à pH compris entre 6,2 et 6,5. Titration au moyen d'une solution étalon de sulfate d'ammonium et de fer jusqu'à disparition de la couleur rouge.

Tableau 1 — Termes et synonymes par rapport aux composés présents dans la solution

Termes	Synonymes		Composés
Chlore libre	Chlore libre	Chlore libre actif	Chlore élémentaire et acide hypochloreux
		Chlore libre potentiel	Hypochlorite
Chlore total	Chlore résiduel total		Chlore élémentaire, acide hypochloreux, hypochlorite et chloramines

1) Actuellement au stade de projet.

3.2 Dosage du chlore total

Réaction avec la DPD, en présence d'un excès d'iodure de potassium, puis titrage comme en 3.1.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau telle que spécifiée en 4.1.

4.1 Eau, exempte de substances oxydantes et réductrices.

Eau déminéralisée ou distillée dont la qualité est contrôlée de la manière suivante.

Dans deux fioles coniques de 250 ml, sans demande en chlore, (chapitre 5), placer dans l'ordre

- dans la première: 100 ml d'eau à contrôler et 1 g environ d'iodure de potassium (4.4); mélanger et après 1 min, ajouter 5 ml de solution tampon (4.2) et 5,0 ml de réactif à la DPD (4.3);
- dans la seconde: 100 ml d'eau à contrôler et deux gouttes de solution d'hypochlorite de sodium (4.8) puis, après 2 min, 5,0 ml de solution tampon (4.2) et 5 ml de réactif à la DPD (4.3).

Aucune coloration ne doit apparaître dans la première fiole, alors qu'une légère coloration rose doit apparaître dans la seconde fiole.

Dans le cas où l'eau déminéralisée ou distillée n'a pas la qualité désirée, elle doit être chlorée. Après une période de contact suivie d'une déchloration, sa qualité finale doit être vérifiée.

Un mode opératoire pour la préparation d'eau exempte de substances oxydantes et réductrices est donné dans l'annexe B.

4.2 Solution tampon, pH 6,5.

Dissoudre dans l'eau (4.1), dans l'ordre suivant: 24 g d'hydrogénophosphate de sodium anhydre (Na_2HPO_4) ou 60,5 g de la forme dodécahydratée ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) et 46 g d'hydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4). Ajouter 100 ml d'une solution à 8 g/l du sel disodique dihydraté de l'acide éthylène dini-trilo tétracétique ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (ou 0,8 g de la forme solide). Si nécessaire, ajouter 0,020 g de chlorure de mercure(II) (HgCl_2), afin d'éviter toute moisissure et l'interférence dans le dosage du chlore libre causée par des traces d'iodures dans les réactifs.

Compléter à 1 000 ml et mélanger.

NOTE — Les solutions contenant du mercure doivent être éliminées correctement (par exemple, une méthode est spécifiée dans l'ISO 5790, *Produits chimiques inorganiques à usage industriel — Méthode générale de dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique*).

4.3 Sulfate de *N,N*-diéthylphénylène-1,4 diamine (DPD) [$\text{NH}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{-H}_2\text{SO}_4$], solution, 1,1 g/l.

Mélanger 250 ml d'eau (4.1), 2 ml d'acide sulfurique ($\rho = 1,84$ g/ml) et 25 ml d'une solution à 8 g/l du sel disodique dihydraté EDTA (ou 0,2 g de la forme solide). Dissoudre dans ce mélange 1,1 g de DPD anhydre ou 1,5 g de la forme pentahydratée; diluer à 1 000 ml et mélanger.

Conserver dans un flacon inactinique, à l'abri de la chaleur.

Renouveler la solution au bout d'un mois ou quand elle commence à se décolorer.

4.4 Iodure de potassium, cristallisé.

NOTE — Les réactifs décrits en 4.2, 4.3 et 4.4 peuvent être remplacés par des réactifs combinés disponibles dans le commerce sous forme de poudre ou de tablettes stables.

4.5 Sulfate d'ammonium et de fer(II), solution mère, $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 0,056$ mol/l.

4.5.1 Préparation de la solution

Dissoudre 22 g de sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté (sel de Mohr) dans environ 250 ml d'eau (4.1) contenant 5 ml d'acide sulfurique ($\rho = 1,84$ g/ml).

Diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée, mélanger et conserver dans un flacon inactinique.

Étalonner cette solution, selon le mode opératoire donné en 4.5.2, lorsqu'elle est nécessaire pour l'emploi, ou quotidiennement, si l'on doit effectuer un grand nombre de dosages.

4.5.2 Étalonnage de la solution

Placer dans une fiole conique de 250 ml, 50,0 ml de la solution mère (4.5.1), environ 50 ml d'eau (4.1), 5 ml d'acide orthophosphorique ($\rho = 1,71$ g/ml) et 4 gouttes de l'indicateur diphénylamine sulfonate de baryum (4.9). Titrer avec la solution de dichromate de potassium (4.10). Le point final de virage est atteint quand une goutte produit une intense coloration pourpre qui reste inchangée après l'addition supplémentaire de solution de dichromate de potassium. La concentration c_1 de cette solution, exprimée en millimoles de Cl_2 par litre, est donnée par la formule

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

où

c_2 est la concentration de la solution étalon de référence de dichromate de potassium (4.10), $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 100$ mmol/l;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution mère de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.5), 50,0 ml;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de référence de dichromate de potassium (4.10) utilisée dans le titrage.

NOTE — Si V_2 est inférieur à 22 ml, préparer une nouvelle solution mère (voir 4.5.1).

4.6 Sulfate d'ammonium et de fer(II), solution titrée, $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 2,8 \text{ mmol/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, placer 50,0 ml de la solution mère (4.5.1) récemment étalonnée, compléter à 1 000 ml avec de l'eau (4.1) et mélanger.

Transvaser dans un flacon inactinique.

Préparer cette solution lorsqu'elle est nécessaire pour l'emploi, ou quotidiennement, si l'on doit effectuer un grand nombre de dosages.

La concentration, c_3 , de cette solution, exprimée en millimoles de Cl_2 par litre, est donnée par la formule

$$c_3 = \frac{c_1}{20}$$

où c_1 est tel que défini en 4.5.2.

4.7 Arsenite de sodium (NaAsO_2), solution à 2 g/l; ou **thioacétamide** (CH_3CSNH_2), solution à 2,5 g/l.

4.8 Hypochlorite de sodium, solution $\text{O}(\text{Cl}_2)$ environ 0,1 g/l.

Obtenu par dilution d'une solution concentrée d'hypochlorite de sodium commercial.

4.9 Dyphénylamine sulfonate de baryum, solution d'indicateur, 3 g/l.

Dissoudre 0,3 g de diphénylamine sulfonate de baryum [$(\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH-C}_6\text{H}_4\text{-SO}_3)_2\text{Ba}$] dans 100 ml d'eau (5.1).

4.10 Dichromate de potassium, solution étalon de référence, $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 100 \text{ mmol/l}$.

Peser au milligramme près, 4,904 g de dichromate de potassium anhydre. Dissoudre dans l'eau, compléter à 1 000 ml dans une fiole jaugée et mélanger.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

Microburette, mesurant jusqu'à 5 ml et graduée en divisions de 0,02 ml.

NOTE SUR LA PRÉPARATION DE LA VERRERIE

Une verrerie «sans demande en chlore» est obtenue par remplissage avec une solution d'hypochlorite de sodium (4.8) suivi, au bout d'une heure, d'un rinçage abondant à l'eau (4.1). Au cours de l'analyse, un jeu de verrerie doit être réservé pour le dosage du chlore libre et un autre pour le dosage du chlore total dans le but d'éviter la contamination du jeu destiné au chlore libre.

6 Mode opératoire

6.1 Échantillon pour essai

Effectuer les dosages immédiatement après les prélèvements. À tout moment, éviter la lumière vive, la chaleur et l'agitation.

6.2 Prises d'essai

Effectuer deux prises d'essai de 100,0 ml chacune. Si la concentration en chlore total excède $70 \mu\text{mol/l}$ (5 mg/l), il est nécessaire de prendre un volume plus petit d'échantillon et de diluer à 100,0 ml avec de l'eau (4.1).

6.3 Dosage du chlore libre

Placer rapidement dans une fiole conique de 250 ml et dans l'ordre suivant: 5,0 ml de la solution tampon (4.2), 5,0 ml du réactif à la DPD (4.3) et la première prise d'essai (6.2). Mélanger et titrer immédiatement jusqu'au point final de décoloration par la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6). Noter le volume, V_3 , en millilitres, utilisé pour le titrage.

Dans le cas d'une eau inconnue pouvant être acide, très alcaline ou avec une forte concentration en sels, il est recommandé de vérifier que le volume de solution tampon (4.2) ajouté est suffisant pour porter l'eau à un pH compris entre 6,2 et 6,5. Sinon, utiliser un volume plus grand de solution tampon (4.2).

6.4 Dosage du chlore total

Placer rapidement dans une fiole conique de 250 ml et dans l'ordre suivant: 5,0 ml de la solution tampon (4.2), 5,0 ml du réactif à la DPD (4.3), la seconde prise d'essai (6.2) et environ 1 g d'iodure de potassium (4.4). Mélanger et, après 2 min, titrer jusqu'au point final de décoloration par la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6). Si avant 2 min, un retour de la couleur est observé, continuer le dosage jusqu'à décoloration. Noter le volume, V_4 , en millilitres, utilisé pour le titrage.

Dans le cas d'une eau inconnue pouvant être acide, très alcaline ou avec une forte concentration en sels, il est recommandé de vérifier que le volume de solution tampon (4.2) ajouté est suffisant pour porter l'eau à un pH compris entre 6,2 et 6,5. Sinon, utiliser un plus grand volume de solution tampon (4.2).

7 Correction de l'interférence due à la présence de manganèse oxydé

Déterminer l'effet du manganèse oxydé en effectuant un dosage supplémentaire sur une autre prise d'essai (6.2) préalablement traitée par solution d'arsenite ou de thioacétamide (4.7) dans le but de neutraliser tous les composés oxydants autres que le manganèse oxydé.

Placer cette prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml, ajouter 1 ml de solution d'arsenite de sodium (4.7) ou de thioacétamide (4.7) et mélanger. Ensuite, ajouter 5,0 ml de solution tampon (4.2) et 5,0 ml de réactif à la DPD (4.3). Titrer immédiatement avec la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6) jusqu'au point final de virage. Noter le volume, V_5 , en millilitres, correspondant au manganèse oxydé.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

8.1.1 Calcul de la concentration en chlore libre

La concentration en chlore libre, $c(\text{Cl}_2)$, exprimée en millimoles par litre, est donnée par la formule

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{c_3 (V_3 - V_5)}{V_0}$$

où

c_3 est la concentration, exprimée en millimoles de Cl_2 par litre, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II);

V_0 est le volume, en millilitres, de l'échantillon initial dans la prise d'essai (6.2);

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6) utilisée dans le titrage (6.3);

V_5 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6) utilisée au chapitre 7 ($V_5 = 0$ ml en l'absence de manganèse oxydé).

8.1.2 Calcul de la concentration en chlore total

La concentration en chlore total, $c(\text{Cl}_2)$, exprimée en millimoles par litre, est donnée par la formule

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{c_3 (V_4 - V_5)}{V_0}$$

où

c_3 , V_0 et V_5 ont la même signification qu'en 8.1.1;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6) utilisée dans le titrage (6.4).

8.2 Conversion de la concentration en quantité de matière en concentration en masse

La concentration en chlore, exprimée en moles par litre, peut être exprimée en grammes par litre par le facteur multiplicatif de conversion de 70,91.

8.3 Répétabilité et reproductibilité

Pour avoir une indication de la répétabilité et de la reproductibilité, les valeurs sont prises à partir de mesures obtenues par des méthodes qui, en principe, sont les mêmes que celles spécifiées dans la présente partie de l'ISO 7393.

L'«USA-EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory»^[1] a évalué la méthode titrimétrique avec les résultats suivants.

Pour des échantillons d'eau distillée aux concentrations en chlore total de $c(\text{Cl}_2) = 4,79; 9,17$ et $48,6 \mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0,34, 0,65$ et $3,45 \text{ mg/l}$], les coefficients de variation ont été respectivement 5,6 %, 0,5 % et 0,5 %. Pour l'eau de boisson à une concentration en chlore total $c(\text{Cl}_2) = 13,8 \mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0,98 \text{ mg/l}$], le coefficient de variation a été de 1,2 %. Pour des eaux plus polluées, presque la même fidélité a été obtenue que pour l'eau de boisson, à l'exception de l'eau usée brute où, pour une concentration en chlore total $c(\text{Cl}_2) = 11,1 \mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0,79 \text{ mg/l}$], le coefficient de variation a été de 3,3 %.

Les résultats publiés par le département britannique de l'environnement^[2] ont donné, pour des concentrations en chlore total $c(\text{Cl}_2) = 1,4$ et $7,1 \mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 1,0$ et $5,0 \text{ mg/l}$], des coefficients de variation respectivement de 1,4 % et 0,88 %.

Les résultats présentés ci-dessus traduisent des dosages répétés dans le même laboratoire, fournissant ainsi une mesure de la répétabilité de la méthode. Les tentatives, par le passé, pour quantifier la reproductibilité de la méthode par la distribution d'échantillons à différents laboratoires ont conduit à des résultats sujets à caution, du fait de l'instabilité générale des solutions contenant du chlore libre et du chlore total combiné. Plus

Tableau 2 – Paramètres analytiques d'une analyse interlaboratoire du chlore libre résiduel

Valeur vraie		Méthode ¹⁾	Nombre de laboratoires (observations)	Moyenne		Écart-type	
$c(\text{Cl}_2)$ $\mu\text{mol/l}$	$[\rho(\text{Cl}_2)]$ (mg/l)			$\mu\text{mol/l}$	(mg/l)	$\mu\text{mol/l}$	(mg/l)
7	(0,5)	A	6	6,2	(0,44)	1,3	(0,09)
		B	7	6,8	(0,48)	1,8	(0,13)
11,3	(0,80)	A	10	10,9	(0,77)	1,1	(0,08)
		B	14	11,1	(0,79)	4,1	(0,29)
		C	6	11,6	(0,82)	1,3	(0,09)
15,5	(1,10)	A	10	15,5	(1,10)	2,0	(0,14)
		B	14	16,2	(1,15)	5,5	(0,39)
		C	6	16,5	(1,17)	1,1	(0,08)
18,2	(1,29)	A	6	18,6	(1,32)	1,3	(0,09)
		B	7	19,9	(1,41)	5,4	(0,38)

1) A: titrage iodométrique par ampèrométrie
 B: colorimétrie DPD
 C: titrimétrie DPD

récemment, il a été montré par la «Quality Assurance Branch of EMSL-Cincinnati»^[5] qu'une fiole scellée d'hypochlorite de sodium dans l'eau très pure est remarquablement stable quand elle est stockée à l'obscurité dans un tube d'exposition. Une évaluation ultérieure par différents laboratoires fédéraux et d'État des États-Unis a donné les paramètres analytiques indiqués dans le tableau 2, pour les méthodes utilisées couramment.

9 Interférences

Deux types d'interférences peuvent être notés.

9.1 Interférence due à d'autres composés chlorés

Une partie du dioxyde de chlore qui peut être présent est mesurée comme du chlore libre. Cette interférence peut être corrigée en dosant le dioxyde de chlore dans l'eau.^[2, 3, 4]

9.2 Interférence due à des composés autres que les composés chlorés

L'oxydation de la DPD n'est pas causée spécifiquement par les composés chlorés. Suivant la concentration et le potentiel chimique d'oxydation, la réaction est affectée par d'autres agents

oxydants. Les substances suivantes peuvent être en particulier mentionnées: brome, iode, bromamines, iodamines, ozone, peroxyde d'hydrogène, chromate, manganèse oxydé, nitrite, ions fer(III) et ions cuivre. L'interférence est supprimée par l'EDTA disodion dans les réactifs 4.2 et 4.3 dans le cas des ions cuivre(II) (< 8 mg/l) et des ions fer(III) (< 20 mg/l).

L'interférence par des chromates peut être éliminée par addition de chlorure de baryum.^[6]

10 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence à la présente partie de l'ISO 7393;
- b) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- c) les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) tous les détails opératoires non prévus dans la présente partie de l'ISO 7393, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Bibliographie

[ISO 7393-1:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/619c2423-042d-4ac2-958b-bd1d35dec9a4/iso-7393-1-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/619c2423-042d-4ac2-958b-bd1d35dec9a4/iso-7393-1-1985>

- [1] BENDER, D.F. Comparison of methods for the determination of total available residual chlorine in various sample matrices, Report No. EPA-600/4-78-019. Cincinnati, Ohio 45268, USA, US Environmental Protection Agency, 1978.
- [2] DoE. *Chemical Disinfecting Agents in Waters, and Effluents, and Chlorine Demand, Methods for the Examination of Waters and Associated Materials*. London, UK, HMSO, 1980.
- [3] PALIN A.T. Methods for the determination in water of free and combined available chlorine, chlorine dioxide and chlorite, bromine, iodine and ozone, using diethyl-*p*-phenylenediamine. *J. Inst. Water Eng.* **21** 1967 : 537.
- [4] PALIN A.T. Analytical control of water disinfection with special reference to differential DPD methods for chlorine, chlorine dioxide, bromine, iodine and ozone. *J. Inst. Water Eng.* **28** 1974 : 139.
- [5] Studies WS007 and WS008, Cincinnati, Ohio 45268, USA, Quality Assurance Branch, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, US Environmental Protection Agency, 1980.
- [6] PALIN, A.T. New correction procedures for chromate interference on the DPD method for residual, free and combined chlorine. *J. Inst. Water Eng. Sci.* **36** 1982: 351.

Annexe A

Dosages séparés du chlore combiné du type monochloramine, du chlore combiné du type dichloramine et du chlore combiné sous la forme de trichlorure d'azote

A.1 Applicabilité

La présente annexe spécifie une méthode destinée à permettre la différenciation entre le chlore combiné de type monochloramine, le chlore combiné de type dichloramine et le chlore combiné sous la forme de trichlorure d'azote. Le domaine d'application de la méthode est le même que pour les concentrations de chlore libre et de chlore total (voir chapitre 1).

A.2 Principe

Après dosage du chlore libre et du chlore total, titrage sur deux prises d'essai supplémentaires:

- sur la troisième prise d'essai: réaction avec la DPD limitée du chlore libre et du chlore combiné du type monochloramine par l'addition d'une petite quantité d'iodure de potassium;
- sur la quatrième prise d'essai, par addition d'une petite quantité d'iodure de potassium avant l'addition de la solution tampon et du réactif à la DPD: réaction avec la DPD du chlore libre, du chlore combiné du type monochloramine et de la moitié du trichlorure d'azote.

Le chlore combiné du type dichloramine ne réagit dans aucun de ces deux cas. Calculer la concentration du chlore combiné du type monochloramine et dichloramine et la concentration du trichlorure d'azote.

A.3 Réactifs

Réactifs donnés dans le chapitre 4, et

Iodure de potassium, solution, 5 g/l.

Préparer cette solution le jour de l'emploi et la conserver dans un flacon inactinique.

A.4 Appareillage

Voir chapitre 5.

A.5 Mode opératoire

A.5.1 Échantillon pour essai

Voir 6.1.

A.5.2 Prises d'essai

Opérer sur deux prises d'essai identiques à celles précédemment données en 6.2.

A.5.3 Dosage du chlore libre et du chlore combiné du type monochloramine

Placer rapidement dans une fiole conique de 250 ml, dans l'ordre suivant: 5,0 ml de la solution tampon (4.2), 5,0 ml de réactif à la DPD (4.3), la troisième prise d'essai et deux gouttes (environ 0,1 ml) de la solution d'iodure de potassium (chapitre A.3), ou un très petit cristal d'iodure de potassium (environ 0,5 mg) et mélanger. Titrer immédiatement jusqu'au point final de décoloration par la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6). Noter le volume, V_6 , en millilitres, utilisé dans le dosage.

A.5.4 Dosage du chlore libre, chlore combiné du type monochloramine et moitié du trichlorure d'azote

Placer dans un béccher de 250 ml, la quatrième prise d'essai et deux gouttes (environ 0,1 ml) de la solution d'iodure de potassium (chapitre A.3), ou un très petit cristal d'iodure de potassium (environ 0,5 mg) et mélanger. Transvaser le contenu du béccher dans une fiole conique de 250 ml contenant 5,0 ml de la solution tampon (4.2) et 5,0 ml du réactif à la DPD (4.3) ajoutés moins de 1 min avant le transvasement. Titrer immédiatement jusqu'au point final de décoloration avec la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6). Noter le volume, V_7 , en millilitres, utilisé dans le dosage.

A.6 Expression des résultats

A.6.1 Mode de calcul

A.6.1.1 Calcul de la concentration de chlore combiné du type monochloramine

La concentration de chlore combiné du type monochloramine, $c(\text{Cl}_2)$, exprimée en millimoles par litre, est donnée par la formule

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{c_3(V_6 - V_3)}{V_0}$$

où

c_3 , V_0 et V_3 ont la même signification que dans le chapitre 8;

V_6 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6) utilisée dans le dosage (A.5.3).

A.6.1.2 Calcul de la concentration de chlore combiné du type dichloramine

La concentration de chlore combiné du type dichloramine, $c(\text{Cl}_2)$, exprimée en millimoles par litre, est donnée par la formule

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{c_3(V_4 - 2V_7 + V_6)}{V_0}$$

où

c_3 , V_0 et V_4 ont la même signification que dans le chapitre 8;

V_6 est tel que défini en A.6.1.1;

V_7 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.6) utilisée dans le dosage (A.5.4).

A.6.1.3 Calcul de la concentration de chlore combiné sous la forme de trichlorure d'azote

La concentration de chlore combiné sous la forme de trichlorure d'azote, $c(\text{Cl}_2)$, exprimée en millimoles par litre, est donnée par la formule

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{2 c_3(V_7 - V_6)}{V_0}$$

où

c_3 et V_0 sont tels que définis dans le chapitre 8;

V_6 est tel que défini en A.6.1.1;

V_7 est tel que défini en A.6.1.2.

A.6.2 Conversion de la concentration en quantité de matière en concentration en masse

La concentration en chlore, exprimée en moles par litre, peut être exprimée en grammes par litre par le facteur multiplicatif de conversion de 70,91.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7393-1:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/619c2423-042d-4ac2-958b-bd1d35dec9a4/iso-7393-1-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/619c2423-042d-4ac2-958b-bd1d35dec9a4/iso-7393-1-1985>