
Norme internationale



7393/2

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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Water quality — Determination of free chlorine and total chlorine — Part 2 : Colorimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine, for routine control purposes

[ISO 7393-2:1985](#)

Première édition — 1985-10-15

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/485c63f8-3054-4c1e-9084-f25018e53e13/iso-7393-2-1985>

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 7393/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

[ISO 7393-2:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/485c63f8-3054-4c1e-9084-f25018e53e13/iso-7393-2-1985>

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

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

1 Objet et domaine d'application

L'ISO 7393 comprend 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 pour le dosage du chlore libre et du chlore total dans l'eau, aisément applicable sur le terrain d'essai; elle est basée sur le mesurage de l'intensité de la couleur par comparaison visuelle de la couleur avec une échelle d'étalons régulièrement vérifiée par étalonnage.

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

Cette 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). Pour des concentrations plus élevées, la prise d'essai doit être diluée. Si la rapidité d'exécution et l'encombrement de l'équipement ne sont pas prépondérants, un mesurage spectrométrique peut être pratiqué en alternative.

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.

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. Mesurage de l'intensité de la couleur par comparaison visuelle de la couleur avec une échelle d'étalons permanents ou au moyen d'un spectromètre.

Tableau 1 – Termes et synonymes en relation avec les composés présents dans la solution

Termes	Synonymes	Composés
Chlore libre	Chlore libre	Chlore libre actif
		Chlore libre potentiel
Chlore total	Chlorure 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 et mesurage 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 une ou deux gouttes de solution d'hypochlorite de sodium (4.7) 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 dinitrilo 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 de façon sûre (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 Acide sulfurique, solution, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 1$ mol/l.

Ajouter avec précaution tout en agitant, 54 ml d'acide sulfurique ($\rho = 1,84$ g/ml) à 800 ml d'eau (4.1). Refroidir à température ambiante et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et bien mélanger.

4.6 Hydroxyde de sodium, solution, $c(\text{NaOH}) \approx 2$ mol/l.

Peser 80 g d'hydroxyde de sodium en pastilles et ajouter à 800 ml d'eau dans une fiole conique. Agiter continuellement jusqu'à ce que toutes les pastilles soient dissoutes. Attendre que la solution soit refroidie à température ambiante et transférer cette solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et bien mélanger.

4.7 Hypochlorite de sodium, solution, $[\rho(\text{Cl}_2)]$ environ 0,1 g/l.

Obtenue par dilution d'une solution commerciale concentrée d'hypochlorite de sodium.

4.8 Iodate de potassium, solution mère

$\rho(\text{KIO}_3) = 1,006$ g/l.

Dissoudre 1,006 g d'iodate de potassium dans environ 250 ml d'eau (4.1). Diluer à 1 000 ml avec de l'eau (4.1) et mélanger.

4.9 Iodate de potassium, solution étalon $\rho(\text{KIO}_3) = 10,06$ mg/l.

Prendre 10 ml de la solution mère (4.8), placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter environ 1 g d'iodure de potassium (4.4) et diluer au volume avec de l'eau (4.1).

Préparer cette solution le jour de l'emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 10,06 μg de KIO_3 .

10,06 μg de KIO_3 correspondent à 0,141 μmol Cl_2 .

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

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

Équipement colorimétrique, comportant l'un des dispositifs suivants:

5.1 Comparateur, équipé d'une échelle d'étalons colorés permanents, établis spécialement pour la technique à la DPD et convenant pour des concentrations de 0,000 4 à 0,07 mmol/l (0,03 à 5,0 mg/l) de chlore.

5.2 Spectromètre, avec un sélecteur à variation de longueur d'onde continue, pouvant être utilisé à 510 nm et équipé de cuves rectangulaires de 10 mm ou plus de parcours optique.

5.3 Spectromètre, équipé d'un sélecteur à variation de longueur d'onde discontinue ayant son maximum de transmission aussi près que possible de 510 nm, et de cuves rectangulaires de 10 mm ou plus de parcours optique.

NOTE SUR LA PRÉPARATION DE LA VERRERIE

Une verrerie «sans demande en chlore» est obtenue par remplissage avec une solution d'hypochlorite de sodium (4.7) 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 (V_0). 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 pour essai, V_1 , et de diluer à 100,0 ml avec de l'eau (4.1).

6.3 Étalonnage

Introduire dans une série de fioles jaugées de 100 ml, des quantités croissantes de la solution étalon d'iodate de potassium (4.9), de manière à établir une échelle s'étendant de $c(\text{Cl}_2) = 0,423$ à 70,5 $\mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0,03$ à 5 mg/l; 0,3 à 50 ml de la solution étalon (4.9)]. Ajouter 1,0 ml d'acide sulfurique (4.5) et au bout de 1 min, 1,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4.6). Compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1). Transférer le contenu de chaque fiole jaugée, sans rincer, dans une fiole conique de 250 ml contenant 5 ml de solution tampon (4.2) et 5 ml de réactif à la DPD (4.3), ajoutés moins de 1 min préalablement au transfert, et mélanger (voir la note). Puis remplir la cuve de mesure successivement avec chacune des solutions témoins préparées et mesurer dans les 2 min, l'une des valeurs suivantes:

- l'intensité de la couleur avec le comparateur (5.1),
- l'absorbance, par rapport à l'eau dans la cuve de référence, avec un spectromètre (5.2 ou 5.3).

Selon le cas, vérifier et corriger si nécessaire l'échelle d'étalons du comparateur ou établir une courbe d'étalonnage pour le spectromètre. Effectuer un étalonnage pour chaque nouvelle préparation du réactif à la DPD et vérifier journalièrement un point de l'échelle ou de la courbe.

NOTE — Préparer chaque solution témoin séparément afin d'éviter le mélange du tampon et du réactif trop longtemps à l'avance et l'apparition d'une couleur rouge parasite.

6.4 Dosage du chlore libre

Transférer la première prise d'essai, sans rincer, dans une fiole conique de 250 ml contenant 5 ml de solution tampon (4.2) et 5 ml de réactif à la DPD (4.3) et mélanger (voir la note en 6.3). Remplir la cuve de mesure avec la prise d'essai ainsi traitée et mesurer immédiatement la couleur dans les mêmes conditions que celles adoptées pour l'étalonnage (6.3). Enregistrer c_1 , la lecture de la concentration se faisant sur l'échelle du comparateur ou la courbe d'étalonnage (6.3).

Dans le cas d'une eau inconnue pouvant être très acide, très alcaline ou très chargée en sels, il convient de vérifier si le volume de la solution tampon (4.2) ajouté suffit pour amener le pH entre 6,2 et 6,5. Sinon, utiliser un volume plus grand de solution tampon (4.2).

6.5 Dosage du chlore total

Transférer la seconde prise d'essai, sans rincer, dans une fiole conique de 250 ml contenant 5 ml de solution tampon (4.2) et 5 ml de réactif à la DPD (4.3), ajouter 1 g d'iodure de potassium (4.4) et mélanger (voir la note en 6.3). Remplir la cuve de mesure avec la prise d'essai ainsi traitée et après 2 min mesurer la couleur dans les mêmes conditions que celles adoptées pour l'étalonnage (6.3). Enregistrer c_2 , la lecture de la concentration se faisant sur l'échelle du comparateur ou la courbe d'étalonnage (6.3).

Dans le cas d'une eau inconnue pouvant être acide, très alcaline ou très chargée en sels, il convient de vérifier si le volume de la solution tampon (4.2) ajouté suffit pour amener le pH entre 6,2 et 6,5. Sinon, utiliser un volume plus grand 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 (4.10) dans le but de neutraliser tous les composés oxydants autres que le manganèse oxydé.

Introduire cette prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml, ajouter 1 ml de solution d'arsenite de sodium (4.10) ou de thioacétamide (4.10) et mélanger. Ensuite, ajouter 5,0 ml de solution tampon (4.2) et 5,0 ml de réactif à la DPD (4.3) et homogénéiser.

Remplir la cuve de mesure avec la prise d'essai ainsi traitée et mesurer immédiatement la couleur dans les mêmes conditions que celles adoptées pour l'étalonnage (6.3). Enregistrer c_3 , la

lecture de la concentration se faisant sur l'échelle du comparateur ou la courbe d'étalonnage (6.3), cette valeur correspondant au manganèse oxydé présent.

Lorsqu'on utilise des comparateurs avec des étalons colorés permanents, l'échantillon traité par l'arsenite ou la thioacétamide peut être utilisé comme essai à blanc pour compenser toute interférence de couleur, aussi longtemps que la durée d'addition des réactifs est la même à la fois pour l'essai à blanc et l'échantillon.

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

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{(c_1 - c_3) V_0}{V_1}$$

où

c_1 est la concentration en chlore, exprimée en millimoles de Cl_2 par litre, obtenue comme déterminé en 6.4;

c_3 est la concentration, exprimée en millimoles de Cl_2 par litre, correspondant au manganèse oxydé présent (voir chapitre 7);

NOTE — En l'absence de manganèse oxydé, $c_3 = 0$.

V_0 est le volume maximal, en millilitres, de la prise d'essai (6.2) ($V_0 = 100,0$ ml);

V_1 est le volume, en millilitres, de l'échantillon pour essai dans la prise d'essai (6.2).

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

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{(c_2 - c_3) V_0}{V_1}$$

où

c_2 est la concentration en chlore, exprimée en millimoles de Cl_2 par litre, obtenue comme déterminé en 6.5;

c_3 , V_0 et V_1 ont la même signification qu'en 8.1.1.

8.2 Conversion de la concentration de la substance 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 obtenir une indication de la répétabilité et de la reproductibilité, les valeurs sont prises à partir de mesurages obtenus par des méthodes qui sont les mêmes, en principe, que celle spécifiée dans la présente partie de l'ISO 7393.

L'«USA-EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory»¹⁾ a évalué la méthode colorimétrique avec les résultats suivants.

Pour des échantillons d'eau distillée aux concentrations en chlore total $c(\text{Cl}_2) = 5,5$ et $50,9$ $\mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0,39$ et $3,61$ mg/l], les coefficients de variation ont été respectivement 3,1 % et 3,2 %. Pour l'eau de boisson à une concentration en chlore total $c(\text{Cl}_2) = 13,3$ $\mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0,94$ mg/l], le coef-

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

Valeur vraie		Méthode ¹⁾	Nombre de laboratoires (observations)	Moyenne		Écart-type	
$c(\text{Cl}_2)$	$[\rho(\text{Cl}_2)]$			$\mu\text{mol/l}$	(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 ampérométrie
 B: colorimétrie DPD
 C: titrimétrie DPD

coefficient de variation a été de 0,8 %. Pour l'eau de rivière à une concentration en chlore total $c(\text{Cl}_2) = 12,1 \mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0,86 \text{ mg/l}$] et pour l'eau usée à une concentration en chlore total $c(\text{Cl}_2) = 15,1 \mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 1,07 \text{ mg/l}$], les coefficients de variation ont été respectivement de 1,9 % et 2,4 %.

Les résultats publiés par le département britannique de l'environnement^[2] basés sur des données obtenues auprès du Centre de recherche des eaux^[3] ont donné, pour des concentrations en chlore total $c(\text{Cl}_2) = 1,4$ et $7,1 \mu\text{mol/l}$ [$\rho(\text{Cl}_2) = 0,1$ et $0,5 \text{ mg/l}$], des coefficients de variations, respectivement de 4,0 % et 2,0 %.

Les résultats présentés dans les paragraphes précédents 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 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, 4, 5]

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 disodique dans les réactifs 4.2 et 4.3 dans le cas des ions cuivre(II) ($< 8 \text{ mg/l}$) et des ions fer(III) ($< 20 \text{ mg/l}$).

L'interférence par le chromate peut être éliminée par addition de chlorure de baryum.^[7]

10 Procès-verbal d'essai

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

- la référence à la présente partie de l'ISO 7393;
- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- 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.

Bibliographie

- 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.
- DoE. *Chemical Disinfecting Agents in Waters, and Effluents, and Chlorine Demand, Methods for the Examination of Waters and Associated Materials*. London, UK, HMSO, 1980.
- NICOLSON N.J. An evaluation of the methods of determining residual chlorine in water. *Analyst* **90** 1965: 187.
- 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.
- 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.
- 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.
- PALIN A.T. New correction procedures for chromate interference in 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 supplémentaire :

- sur la troisième prise d'essai : réaction 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 5.

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 Étalonnage

Voir 6.3.

A.5.4 Dosage du chlore libre et du chlore combiné du type monochloramine

Introduire 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 solution d'iodure de potassium (chapitre A.3), ou un très petit cristal d'iodure de potassium (environ 0,5 mg) et homogénéiser. Remplir la cuve de mesure avec la prise d'essai ainsi traitée et mesurer le contenu dans les mêmes conditions que celles adoptées pour l'étalonnage (A.5.3). Enregistrer c_4 , la lecture de la concentration se faisant sur l'échelle du comparateur ou la courbe d'étalonnage (A.5.3).

A.5.5 Dosage du chlore libre, chlore combiné du type monochloramine et moitié du trichlorure d'azote

Introduire dans un bécher 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 homogénéiser. Transvaser le contenu du bécher dans une fiole conique de 250 ml contenant 5,0 ml de solution tampon (4.2) et 5,0 ml du réactif à la DPD (4.3) ajoutés moins de 1 min avant le transvasement. Remplir la cuve de mesure avec la prise d'essai ainsi traitée et mesurer immédiatement la couleur dans les mêmes conditions que celles adoptées pour l'étalonnage (A.5.3). Enregistrer c_5 , la lecture de la concentration se faisant sur l'échelle du comparateur ou la courbe d'étalonnage (A.5.3).

A.6 Expression des résultats

A.6.1 Méthode de calcul

A.6.1.1 Calcul de la concentration en 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

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{(c_4 - c_1) V_0}{V_1}$$

où

c_4 est la concentration en chlore exprimée en millimoles de Cl_2 par litre, telle que déterminée en A.5.4;

c_1 , V_0 et V_1 ont la même signification qu'en 8.1.

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

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

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{(c_2 - 2c_5 + c_4) V_0}{V_1}$$

où

c_2 , V_0 et V_1 ont la même signification qu'en 8.1;

c_4 a la même signification qu'en A.6.1.1;

c_5 est la concentration en chlore, exprimée en millimoles de Cl_2 par litre, telle que déterminée en A.5.5.

A.6.1.3 Calcul de la concentration en chlore combiné du type trichlorure d'azote

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

$$c(\text{Cl}_2) = \frac{2 (c_5 - c_4) V_0}{V_1}$$

où

c_5 a la même signification qu'en A.6.1.2;

c_4 a la même signification qu'en A.6.1.1;

V_0 et V_1 ont la même signification qu'en 8.1.

A.6.2 Conversion de la concentration de la substance en concentration en masse

La concentration en chlore, 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 7393-2:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/485c63f8-3054-4c1e-9084-f25018e53e13/iso-7393-2-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/485c63f8-3054-4c1e-9084-f25018e53e13/iso-7393-2-1985>