

---

Norme internationale



7875/2

---

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

---

**Qualité de l'eau — Dosage des agents de surface —  
Partie 2: Dosage des agents de surface non ioniques  
à l'aide du réactif de Dragendorff**

*Water quality — Determination of surfactants — Part 2: Determination of non-ionic surfactants using Dragendorff reagent*

Première édition — 1984-12-15

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 7875-2:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd0778ec-e922-461a-bb63-32934612edc6/iso-7875-2-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd0778ec-e922-461a-bb63-32934612edc6/iso-7875-2-1984>



---

CDU 543.3 : 661.185.1

Réf. n° : ISO 7875/2-1984 (F)

Descripteurs : eau, qualité, essai, détermination, agent de surface non ionique.

## 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 7875/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

[ISO 7875-2:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd0778ec-e922-461a-bb63-32934612edc6/iso-7875-2-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd0778ec-e922-461a-bb63-32934612edc6/iso-7875-2-1984>

# Qualité de l'eau — Dosage des agents de surface — Partie 2: Dosage des agents de surface non ioniques à l'aide du réactif de Dragendorff

## 0 Introduction

Les agents de surface anioniques et non ioniques sont utilisés dans les produits synthétiques de nettoyage.

L'ISO 7875 comprend les parties suivantes:

Partie 1: Dosage des agents de surface anioniques par la méthode spectrométrique au bleu de méthylène

Partie 2: Dosage des agents de surface non ioniques à l'aide du réactif de Dragendorff.

## 1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des agents de surface non ioniques en milieux aqueux.

## 2 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7875 est applicable à la détermination de faibles concentrations de substances actives vis-à-vis du bismuth (SABi), c'est-à-dire les agents de surface non ioniques du type dérivé d'oxyde d'alkylphénol alkylène et d'oxydes alcool alkylène dans la mesure où ils peuvent être purifiés et précipités avec le réactif de Dragendorff (par exemple les éthoxylates avec 5 à 30 groupes d'oxyde d'éthylène par molécule). La méthode convient pour les affluents et effluents des stations d'épuration des eaux d'égout et pour les eaux usées. Lorsqu'on étudie des eaux de surface, il peut être nécessaire d'utiliser des échantillons de grand volume (jusqu'à 5 000 ml).

La limite de détection est de 0,05 mg/l pour un échantillon de 1 litre et la gamme optimale d'application est de 250 à 800 µg.

## 3 Références

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

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

*Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*<sup>1)</sup>

## 4 Principe

Extraction des agents de surface de l'échantillon par un courant d'air et recueil dans de l'acétate d'éthyle. Élimination de l'acétate d'éthyle et précipitation des agents de surface non ioniques à l'aide du réactif de Dragendorff ( $\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{CH}_3\text{COOH}$ ).

Isolation et dissolution du précipité et détermination de la concentration de bismuth équivalente à la concentration du surfactif par potentiométrie avec une solution de pyrrolidiny-1 dithio-carboxylate de sodium. Les variantes de détermination de l'ion bismuth sont, entre autres, l'absorption atomique et la spectrométrie UV (voir l'annexe).

## 5 Réactifs

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

**5.1 Chlorure de sodium** ( $\text{NaCl}$ ).

**5.2 Hydrogénocarbonate de sodium** ( $\text{NaHCO}_3$ ).

**5.3 Acétate d'éthyle** ( $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ ), récemment distillé.

**ATTENTION — L'acétate d'éthyle est inflammable et toxique.**

**5.4 Méthanol** ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), récemment distillé.

Conserver le méthanol dans une bouteille en verre.

**5.5 Acide acétique cristallisable** ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ),  $\rho = 1,05$  g/ml.

NOTE — Des concentrations plus faibles ne conviennent pas.

**5.6 Acide chlorhydrique.**

Ajouter 1 ml d'HCl ( $\rho = 1,12$  g/ml) à 100 ml d'eau.

1) Actuellement au stade de projet.

**5.7 Acide chlorhydrique**, solution méthanolique.

Diluer 10 ml d'HCl ( $\rho = 1,12 \text{ g/ml}$ ) à 100 ml avec du méthanol (5.4).

**5.8 Acide sulfurique**  $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ , 0,5 mol/l.

**5.9 Ammoniaque**, solution.

Ajouter 10,0 ml de solution d'ammoniaque ( $\rho = 0,91 \text{ g/ml}$ ) à 250 ml d'eau.

**5.10 Tartrate d'ammonium**, solution.

Ajouter 12,40 g d'acide tartrique ( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ ) à 12,40 g de solution d'ammoniaque ( $\rho = 0,91 \text{ g/ml}$ ) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

**5.11 Solution A.**

Dissoudre 1,70 g de nitrate de bismuth(III) basique monohydraté ( $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) dans 20 ml d'acide acétique cristallisable (5.5) et diluer à 100 ml avec de l'eau.

Dissoudre 65,0 g d'iodure de potassium (KI) dans environ 200 ml d'eau.

Mélanger les deux solutions dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 200 ml d'acide acétique cristallisable (5.5) et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution, conservée à l'abri de la lumière, reste stable pendant environ 1 semaine.

**5.12 Solution B.**

Dissoudre 290,0 g de chlorure de baryum dihydraté ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 1 000 ml d'eau.

**5.13 Réactif de précipitation.**

Mélanger 2 volumes de la solution A (5.11) et 1 volume de la solution B (5.12).

Cette solution, conservée dans une bouteille en verre foncé, reste stable pendant environ 1 semaine.

**5.14 Solution tampon à l'acétate.**

Dissoudre 40,0 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans environ 500 ml d'eau. Ajouter 120 ml d'acide acétique cristallisable (5.5). Mélanger soigneusement, laisser refroidir et diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

**5.15 Pyrrolidiny-1 dithiocarboxylate de sodium**, solution à 0,5 mmol/l.

Dissoudre 103,0 mg de pyrrolidiny-1 dithiocarboxylate de sodium dihydraté ( $\text{C}_5\text{H}_8\text{NS}_2\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans environ 500 ml d'eau, ajouter 10,0 ml d'alcool amylique ( $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$ ) et 0,50 g d'hydrogénocarbonate de sodium (5.2) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

**5.16 Sulfate de cuivre(II)**, solution étalon mère.

Dissoudre 1,249 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans 50 ml d'acide sulfurique (5.8) et 200 ml d'eau et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

Ne pas utiliser de cristaux brisés ou efflorescents.

**5.17 Sulfate de cuivre (II)**, solution étalon.

Ajouter 50,0 ml de la solution étalon mère de sulfate de cuivre (5.16) à 10 ml de la solution d'acide sulfurique (5.8) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

**5.18 Pourpre de bromocrésol**, solution méthanolique.

Dissoudre 0,10 g de colorant dans 100 ml de méthanol (5.4).

**5.19 Résine cationique**, forme  $\text{SO}_3\text{H}^+$ , granulométrie 0,15 à 0,30 mm (50 à 100 mesh ASTM), résistante à l'alcool.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Appareil d'extraction en courant gazeux** (voir la figure; l'appareil est disponible dans le commerce).

Le diamètre du disque fritté doit être égal au diamètre intérieur du tube.

NOTE — Pour faciliter le nettoyage, il est préférable que l'appareil soit équipé d'un raccord sphérique sous l'ampoule à décanter. Le statif doit également être démontable.

**6.2 Colonne échangeuse d'ions**, de 16 mm de diamètre et 200 de hauteur.

**6.3 Potentiomètre à enregistrement**, équipé d'électrodes platine/calomel ou platine/chlorure d'argent, gamme 250 mV, avec burette automatique de 20 à 25 ml de capacité, ou dispositif manuel approprié.

### NOTE SUR LE NETTOYAGE PRÉALABLE DE LA VERRERIE.

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée avec de l'eau puis avec une solution éthanolique d'acide chlorhydrique 10 % (m/m), puis rincée avec de l'eau.

## 7 Échantillonnage et échantillons

Des instructions pour l'échantillonnage sont données dans l'ISO 5667/2 et l'ISO 5667/3.

Les échantillons ne doivent pas être prélevés au travers d'une couche de mousse. Des bouteilles en verre propres, préalablement lavées avec du méthanol (5.4), doivent être utilisées pour le prélèvement et la conservation. Le refroidissement à 4 °C est recommandé pour une conservation de courte durée. L'addition d'un agent de conservation doit être envisagée si l'échantillon doit être conservé plus de 24 h. L'addition de 1 % (V/V) d'une solution de formaldéhyde à 40 % (V/V) convient pour les périodes de conservation allant jusqu'à 4 jours, alors qu'une saturation avec le chloroforme convient pour une conservation jusqu'à 8 jours. Les échantillons pour analyse doivent normalement être exempts des matières en suspension pouvant être séparées par centrifugation, du fait que, suite à cette séparation, l'agent de surface adsorbé sur la matière en suspension ne sera pas dosé.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Concentration et séparation de l'agent de surface

Placer l'appareil d'extraction (6.1) sous une hotte bien ventilée afin d'éliminer les vapeurs d'acétate d'éthyle.

En présence de quantités importantes de matière en suspension (plus de 0,3 g/l), centrifuger les échantillons.

Introduire un volume défini de l'échantillon pour laboratoire, contenant entre 200 et 1 000 µg d'agent de surface non ionique, dans l'appareil d'extraction. Peser 100 g de chlorure de sodium (5.1) et 5 g d'hydrogénéocarbonate de sodium (5.2). Si le volume de l'échantillon dépasse 500 ml, ajouter ces sels sous forme solide et les dissoudre en faisant passer un courant d'azote ou d'air dans l'échantillon. Si un échantillon de volume moins important est utilisé, dissoudre les sels dans 400 ml d'eau et ajouter à la solution.

Si nécessaire, ajouter de l'eau jusqu'au niveau du robinet d'arrêt supérieur. Ajouter 100 ml d'acétate d'éthyle (5.3). Remplir le flacon laveur situé dans le courant de gaz (azote ou air) aux deux tiers de l'acide d'éthyle. Faire passer un courant de gaz de 20 à 50 l/h dans l'appareillage. L'emploi d'un débitmètre à section variable<sup>1)</sup> est recommandé. Le courant de gaz doit être réglé de manière que les phases demeurent séparées et qu'il n'y ait pas de turbulence à l'interface. Ainsi, le mélange des phases et de la solution d'acétate d'éthyle avec l'eau est-il limité. Arrêter le courant de gaz au bout de 5 min.

Si plus de 20 % (V/V) de la phase organique est perdue par dissolution dans la phase aqueuse, éliminer l'échantillon.

Verser toute la phase organique dans une ampoule à décanter. Toute trace d'eau apparaissant dans l'ampoule (cela ne devait pas dépasser quelques millilitres) doit être versée à nouveau dans l'appareil d'extraction.

Filtrer la solution d'acétate d'éthyle sur papier filtre sec, en recueillant le filtrat dans un ballon de 250 ml. Ajouter à nouveau 100 ml d'acétate d'éthyle dans l'appareil d'extraction et faire passer à nouveau un courant d'azote ou d'air pendant 5 min. Séparer la phase organique comme indiqué précédemment, en utilisant la même ampoule à décanter, filtrer et ajouter au premier filtrat recueilli. Rincer le papier filtre et l'ampoule avec 25 ml d'acétate d'éthyle. Éliminer toute la solution d'acétate d'éthyle sur bain d'eau sous la hotte. Pour accélérer le processus, faire passer un léger courant d'air sur la surface de la solution.

### 8.2 Essai à blanc

Pour chaque série d'échantillons, effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en utilisant 5 ml de méthanol (5.4) et 40 ml d'eau à la place de la prise d'essai.

La consommation de solution de pyrrolidinyl-1 dithiocarboxylate de sodium doit être inférieure à 1 ml; sinon, la teneur en métaux lourds des réactifs doit être contrôlée.

### 8.3 Précipitation et filtration

Dissoudre le résidu sec obtenu selon 8.1, après élimination des interférants éventuels (voir chapitre 10), dans 5 ml de méthanol (5.4), transférer dans un bécher, ajouter 40 ml d'eau et 0,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.6), agiter à l'aide d'un agitateur magnétique, et ajouter, à l'aide d'une éprouvette graduée, 30 ml de réactif de précipitation (5.13). Le précipité se forme au cours de l'agitation continue. Arrêter l'agitation au bout de 10 min et attendre pendant au moins 5 min.

Placer un creuset filtrant en verre fritté (porosité 4, capacité 40 ml) dans un adaptateur approprié fixé sur une fiole à filtrer de 500 ml. Un papier filtre en fibre de verre peut être également inséré; ceci prolonge la durée de service du creuset. Humidifier le filtre sous aspiration avec environ 2 ml d'acide acétique cristallisable (5.5). Filtrer le précipité sur le creuset. (Les colliers en caoutchouc, lorsqu'ils sont utilisés, ne doivent pas venir en contact avec l'un des réactifs. L'emploi d'une pissette en polyéthylène est recommandé pour l'acide acétique. Il n'est pas nécessaire de transférer quantitativement le précipité sur le filtre, car la solution du précipité (voir 8.4) est versée à nouveau dans le même bécher avant le titrage, de sorte qu'on est ainsi assuré que tout précipité restant dans le bécher se trouve également dissous.

### 8.4 Dissolution du précipité

Placer le creuset dans un adaptateur en verre monté sur une fiole à filtrer de 250 ml. Dissoudre le précipité en ajoutant une solution chaude (environ 80 °C) de tartrate d'ammonium (5.10) en trois portions successives de 10 ml. Verser le contenu de la fiole à filtrer dans le bécher avec en plus 20 ml de la solution chaude de tartrate d'ammonium afin de dissoudre tout le précipité restant. Laver soigneusement le creuset, l'adaptateur et la fiole à filtrer avec encore 20 ml de la solution chaude de tartrate d'ammonium afin de dissoudre tout le précipité restant. Laver soigneusement le creuset, l'adaptateur et la fiole à filtrer avec 100 à 150 ml d'eau et ajouter l'eau de lavage au contenu du bécher.

### 8.5 Étalonnage de la solution de pyrrolidinyl-1 dithiocarboxylate de sodium

La concentration de la solution de pyrrolidinyl-1 dithiocarboxylate de sodium (5.15) doit être contrôlée avant chaque emploi ou, en cas d'analyses de routine, une fois par jour. Pour ce faire, titrer un mélange de 10,0 ml de la solution étalon de sulfate de cuivre (5.17), 100 ml d'eau et 10,0 ml de la solution tampon à l'acétate (5.14).

Le facteur de correction du titre  $t$  de la solution de pyrrolidinyl-1 dithiocarboxylate de sodium est donnée par l'équation

$$t = \frac{V_1}{V_2}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution étalon (dans le cas présent,  $V_1 = 10$  ml);

$V_2$  est la consommation, en millilitres, de la solution de pyrrolidinyl-1 dithiocarboxylate de sodium.

1) Le terme «rotamètre» couramment utilisé provient d'une marque de fabrique.

## 8.6 Titration

Agiter la solution à l'aide de l'agitateur magnétique, ajouter quelques gouttes de la solution de pourpre de bromocrésol (5.18) et ajouter de la solution d'ammoniaque (5.9) jusqu'à ce que la couleur vire au violet (la solution peut être légèrement acide en raison du rinçage à l'acide acétique).

Ajouter 10 ml de la solution tampon à l'acétate (5.14), plonger les électrodes du potentiomètre (6.3) et tirer avec la solution de pyrrolidiny-1 dithiocarboxylate de sodium (5.15), l'extrémité de la burette étant plongée dans la solution. Titrer jusqu'à ce qu'il y ait une chute de potentiel importante. Régler la vitesse du titrage à 2 ml/min et la vitesse de déroulement du papier à environ 4 cm/ml.

Le point de virage est constitué par l'intersection des tangentes aux deux branches de la courbe de potentiel. Parfois, l'inflexion des courbes de potentiel peut être aplatie, ce qui peut être évité en nettoyant soigneusement l'électrode en platine (par polissage avec du papier émeri).

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Calcul

Comme chaque surfactif non ionique a son propre facteur de conversion, lequel dépend de la longueur de la chaîne oxyde d'éthylène, les calculs se réfèrent généralement à une substance de référence. Pour cet usage, un nonylphénol avec 10 unités oxyde d'éthylène (NP 10) est approprié. Un facteur empirique de 54 a été déterminé pour cette substance. Ceci signifie que 1 ml de la solution de pyrrolidiny-1 dithiocarboxylate de sodium (5.15) est la quantité appropriée pour 54 µg de NP 10.

La concentration en masse d'agent de surface non ionique,  $\rho_x$ , exprimée en milligrammes de NP 10 par litre d'échantillon, est donnée par l'équation

$$\rho_x = \frac{(V_3 - V_4) t f}{V_0}$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de l'échantillon;

$V_3$  est la consommation, en millilitres, de la solution de pyrrolidiny-1 dithiocarboxylate de sodium par l'échantillon;

$V_4$  est la consommation, en millilitres, de la solution de pyrrolidiny-1 dithiocarboxylate de sodium par le blanc;

$t$  est le facteur de correction du titre de la solution de pyrrolidiny-1 dithiocarboxylate de sodium, calculé selon 8.5;

$f$  est le facteur de calcul, dans le cas présent,  
 $f = 54 \text{ mg/l}$ .

## 9.2 Reproductibilité

Dans la gamme de concentration d'environ 0,5 à 1,0 mg/l, l'écart-type relatif  $s$  est égal à  $\pm 10 \%$ .

## 10 Interférences

Les agents de surface anioniques n'interfèrent pas jusqu'à un facteur 10. Les agents de surface cationiques sont déterminés également et doivent, si nécessaire, être séparés par échange de cations. Bien que la sublimation élimine les polyéthylènes glycols et la majorité des substances non tensio-actives qui pourraient interférer, peu d'informations concernant les substances interférantes et leurs actions sont disponibles. Une récupération complète ne peut pas être obtenue dans les échantillons présentant de fortes teneurs en matières de suspension (voir 8.1)

Les agents de surface cationiques réagissent avec le réactif de précipitation (5.13) et ont le même effet qu'un surfactif non ionique. Lorsqu'ils sont présents, les agents de surface cationiques doivent être éliminés comme indiqué ci-après.

Dissoudre le résidu d'évaporation de l'extrait à l'acétate d'éthyle dans environ 20 ml de méthanol (5.4). L'introduire dans la colonne échangeuse d'ions (6.2) remplie de 10 ml de résine échangeuse de cations (5.19). Régler le débit du courant de manière à obtenir des gouttes tombant rapidement. Laver la colonne avec 50 à 60 ml de méthanol et évaporer les solutions rassemblées de méthanol sur bain d'eau. En présence supposée d'agents de surface éthoxylés plus lourds (plus de 25 groupes d'oxyde d'éthylène par molécule), utiliser un mélange de quatre parties en volume de méthanol et d'une partie en volume de chlorure de méthylène au lieu de méthanol pur.

Régénérer la résine échangeuse de cations avant chaque usage avec de la solution méthanolique d'acide chlorhydrique (5.7). Rincer ensuite la colonne avec du méthanol jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de réaction en présence de rouge de méthyle. Conserver la résine échangeuse de cations sous méthanol.

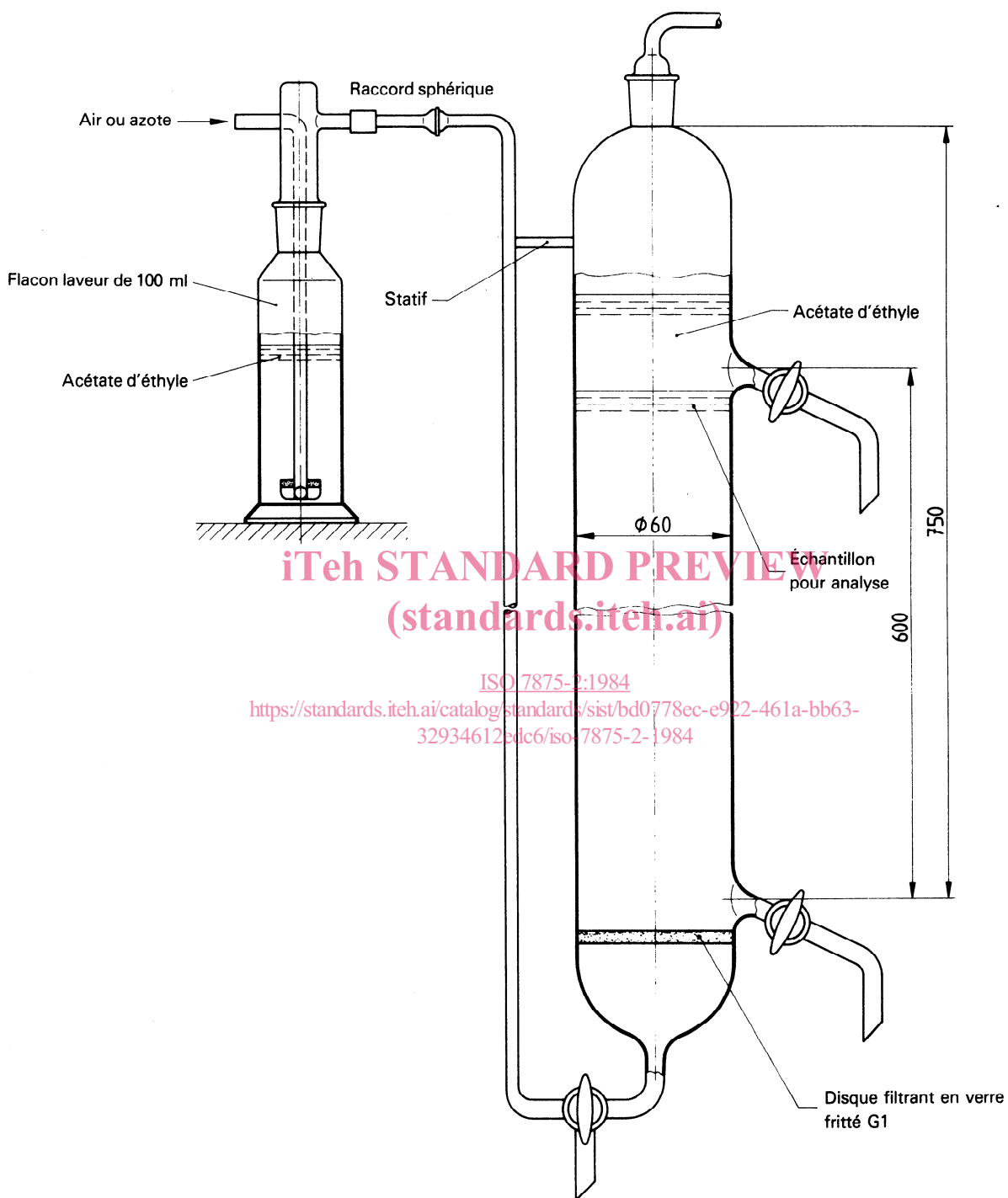
## 11 Procès-verbal d'essai

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;
- tous détails particuliers relevés au cours du dosage;
- toutes opérations non spécifiées dans la présente partie de l'ISO 7875 ou considérées comme facultatives.



Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.itech.ai)

ISO 7875-2:1984

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/bd0778ec-e922-461a-bb63-32934612edc6/iso-7875-2-1984>

Figure — Appareil d'extraction en courant gazeux  
(Voir la note en 6.1)

## Annexe

### Dosage du bismuth

#### A.1 Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

Préparer le précipité comme décrit en 8.3 et le dissoudre dans un volume approprié de solution de tartrate d'ammonium chaude en 8.4 ou dans l'acide nitrique comme suit.

Ajouter 2 ml d'acide nitrique ( $\rho = 1,420$  g/ml) au précipité lavé, en agitant le creuset mais sans mettre sous vide. Ajouter 2 à 3 ml d'eau en agitant et mettre sous vide. Répéter l'opération deux fois pour dissoudre et récupérer tout le précipité. Rincer le creuset et l'adaptateur à l'eau afin d'obtenir un transfert complet dans la fiole à filtrer. Transférer la solution de la fiole à filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Préparer une solution étalon de bismuth en pesant précisément  $0,500 \pm 0,005$  g de bismuth pur en poudre et en dissolvant dans quelques gouttes d'acide nitrique ( $\rho = 1,420$  g/ml) et diluer enfin dans l'eau à 500 ml dans une fiole jaugée. Préparer une gamme de solutions d'étalonnage à partir de cette solution, contenant 1; 2; 3; 4 et 5 mg de bismuth par litre.

S'assurer que chaque solution d'étalonnage contient approximativement la même quantité d'acide nitrique et de tartrate d'ammonium (lequel a été utilisé pour dissoudre le précipité) que la solution de l'échantillon.

Mettre en marche le spectromètre d'absorption atomique et opérer selon les instructions du constructeur. Mesurer les absorbances des échantillons et des solutions d'étalonnage. Calculer la concentration en bismuth dans les solutions d'échantillon et ainsi la concentration en agent de surface non ionique dans les échantillons d'origine.

#### A.2 Méthode par spectrométrie ultraviolette

Préparer le précipité comme décrit en 8.3. Chauffer  $50 \pm 1$  ml de solution de tartrate d'ammonium contenue dans une fiole conique de 150 ml à environ  $80^\circ\text{C}$  sur une plaque chauffante. Placer le creuset sur une fiole à filtrer de taille convenable, fixée à l'aide d'un adaptateur et dissoudre le précipité dans 15 à 20 ml de solution de tartrate d'ammonium chaude. Utiliser 15 ml supplémentaires de solution de tartrate d'ammonium pour rincer les parois du bécher (utilisé en 8.3) pour dissoudre tout précipité restant. Filtrer le contenu du bécher dans le creuset et laver le creuset avec le restant de la solution de tartrate d'ammonium, poursuivre avec 10 ml d'eau. Transférer le contenu de la fiole à filtrer dans le bécher, laver la fiole avec deux portions (10 ml et 5 ml) d'eau; ajouter les eaux de lavage au bécher. Ajouter 4 ml d'une solution à  $0,02$  mol/l d'acide éthylène diaminetétraacétique (EDTA) au contenu du bécher, mélanger et transférer dans une fiole jaugée de 100 ml. Laver le bécher à l'eau et utiliser l'eau de lavage pour compléter à 100 ml la solution de la fiole jaugée (voir note 1).

Mettre en marche le spectromètre UV selon les instructions du constructeur. Utiliser une cuve de 20 mm, lire l'absorbance de la solution de la fiole jaugée par rapport à une référence d'eau à une longueur d'onde de 263,5 nm. Préparer des solutions d'étalonnage contenant 0; 200; 400; 600 et 1 000  $\mu\text{g}$  d'un agent de surface non ionique étalon par dissolution de quantités dans 5 ml de méthanol et 40 ml d'eau et préparer le précipité comme en 8.3. Dissoudre les précipités comme ci-dessus et lire les absorbances à 263,5 nm en fonction des concentrations en agent de surface non ionique étalon. Calculer la masse d'agent de surface non ionique dans l'échantillon pour essai à partir de la courbe d'étalonnage (voir note 2).

#### NOTES

1 Étant donné que l'absorbance du complexe bismuth-EDTA à 263,5 nm est constante dans le domaine de pH 2 à 9, un contrôle du pH en vue du dosage colorimétrique n'est pas nécessaire; le pH des solutions finales est généralement dans le domaine de 4 à 5.

2 L'ion tartrate et l'EDTA absorbent légèrement à 263,5 nm et contribuent à l'absorbance lue pour le blanc. Des blancs types ont une absorbance de 0,03 à 0,04.