
Norme internationale



8467

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

Qualité de l'eau — Détermination de l'indice de permanganate

Water quality — Determination of permanganate index

Première édition — 1986-06-15

CDU 543.38

Réf. n° : ISO 8467-1986 (F)

Descripteurs : eau, qualité, analyse chimique, détermination, permanganate.

Prix basé sur 3 pages

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 8467 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

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 — Détermination de l'indice de permanganate

0 Introduction

L'indice de permanganate est une mesure conventionnelle de la contamination par les matières organiques et les matières inorganiques oxydables dans un échantillon d'eau. Elle est essentiellement utilisée pour juger aussi bien de la qualité d'eaux potables que d'eaux brutes telles que les eaux superficielles. Les eaux les plus lourdement contaminées peuvent être analysées moyennant une étape de prédilution. L'indice de permanganate peut être déterminé pour des eaux contenant moins de 500 mg/l d'ions chlorure. Les composés réducteurs tels que les sels de fer(II), les nitrites ou l'hydrogène sulfureux, peuvent contribuer à l'indice de permanganate mais ne sont pas considérés comme des impuretés.

L'indice de permanganate ne peut être considéré comme une mesure de la demande théorique en oxygène ou de la teneur totale en matière organique. Beaucoup de composés organiques ne sont que partiellement oxydés dans cet essai, étant donné que l'oxydation est généralement incomplète. Les matières volatiles qui s'évaporent avant l'addition du permanganate ne sont pas incluses.

La méthode n'est pas recommandée pour déterminer la charge organique des eaux résiduaires; à cette fin, la demande chimique en oxygène (voir ISO 6060, *Qualité de l'eau — Détermination de la demande chimique en oxygène*), doit être déterminée.

La méthode est simple et convient pour la surveillance de la qualité d'un grand nombre d'échantillons d'eau.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de l'indice de permanganate. Elle est principalement destinée aux eaux pour la consommation humaine et à usage domestique. Elle est applicable à des eaux ayant une concentration en ion chlorure inférieure à 500 mg/l. Les échantillons ayant un indice de permanganate supérieur à 10 mg/l doivent être dilués avant analyse. La limite inférieure de la gamme optimale de l'essai est de 2,5 mg/l.

2 Définition

indice de permanganate (d'une eau): Concentration en masse d'oxygène équivalente à la quantité d'ions permanganate consommée quand un échantillon d'eau est traité par le permanganate dans des conditions définies.

3 Principe

Chauffage d'un échantillon dans un bain d'eau bouillante en présence d'une quantité connue de permanganate de potassium et d'acide sulfurique pendant une période donnée (10 min). Réduction d'une partie du permanganate par les matières oxydables de l'échantillon et détermination de l'excès de permanganate par addition d'un excès d'une solution d'oxalate, suivie par un titrage de l'oxalate en excès par le permanganate.

NOTE — L'indice de permanganate maximum recommandé de 10 mg/l correspond à une consommation d'approximativement 60 % du permanganate ajouté à l'échantillon non dilué.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente. Ne pas utiliser de l'eau déionisée provenant d'un échangeur d'ion organique.

NOTE — Une eau non réductrice peut être préparée comme suit. Ajouter 10 ml d'acide sulfurique (4.2) et un petit excès de la solution mère de permanganate de potassium (4.5) à 1 litre d'eau distillée. Distiller dans un appareil en verre et éliminer les 100 premiers millilitres du distillat. Stocker dans une bouteille en verre avec un bouchon en verre.

4.1 Acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 7,5 \text{ mol/l}$.

Ajouter lentement et sous agitation continue, 420 ml d'acide sulfurique à 18 mol/l ($\rho = 1,84 \text{ g/ml}$) à 500 ml d'eau. Laisser refroidir et diluer à 1 litre.

4.2 Acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/l}$.

Ajouter lentement et sous agitation continue, 110 ml d'acide sulfurique à 18 mol/l ($\rho = 1,84 \text{ g/ml}$) à environ 500 ml d'eau. Ajouter lentement la solution de permanganate de potassium (4.6) jusqu'à persistance d'une coloration rose pâle. Laisser refroidir et compléter avec de l'eau à 1 litre.

4.3 Oxalate de sodium, solution mère, $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$.

Sécher l'oxalate de sodium à 120 °C pendant 2 h. Dissoudre 6,700 g d'oxalate séché dans de l'eau distillée et compléter à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

Cette solution est stable pendant 6 mois si elle est stockée à l'obscurité.

4.4 Oxalate de sodium, solution étalon,
 $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 5 \text{ mmol/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, $100 \pm 0,25 \text{ ml}$ de la solution mère d'oxalate de sodium (4.3), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Cette solution titrée est stable pendant 2 semaines.

NOTE — Des solutions prêtes à l'emploi disponibles dans le commerce peuvent être utilisées.

4.5 Permanganate de potassium, solution mère,
 $c(\text{KMnO}_4) \approx 20 \text{ mmol/l}$.

Dissoudre environ 3,2 g de permanganate de potassium dans de l'eau distillée et diluer à 1 000 ml. Chauffer la solution à 90 à 95 °C pendant 2 h, refroidir et stocker pendant au moins 2 jours. Décanter la solution claire. Stocker dans une bouteille sombre.

4.6 Permanganate de potassium, solution titrée,
 $c(\text{KMnO}_4) \approx 2 \text{ mmol/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 100 ml de la solution mère (4.5), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Cette solution est relativement stable pendant plusieurs mois si elle est stockée à l'obscurité. Le mode opératoire décrit en 7.5 tient automatiquement compte de sa concentration exacte à inclure dans le calcul en 8.1.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bain d'eau, muni d'un râtelier pour tubes à essai, d'une capacité suffisante et capable d'assurer que les solutions dans tous les tubes à essai atteignent rapidement une température comprise entre 96 et 98 °C et soient maintenus à cette température, ceci lors du chauffage initial et durant les stades de la réaction (chapitre 11).

5.2 Tubes à essai, de 150 à 200 mm de longueur et de 25 à 35 mm de diamètre. Garder les tubes à essai exclusivement pour la détermination de l'indice de permanganate.

Nettoyer les tubes par chauffage avec une solution acide de permanganate. Le nettoyage doit être vérifié en effectuant des déterminations à blanc jusqu'à ce que les valeurs soient suffisamment basses et constantes.

Une valeur à blanc, V_0 , ne devrait habituellement pas dépasser 0,3 ml.

5.3 Burettes, de 10 ml de capacité, de préférence à piston, précises et graduées à 0,02 ml près, conformes aux prescriptions de l'ISO 385/1.

6 Échantillonnage et échantillons

Immédiatement après réception au laboratoire, ajouter 5 ml d'acide sulfurique (4.1) par litre d'échantillon, si cela n'a pas été fait au moment du prélèvement sur le témoin, et si l'échantillon doit être stocké avant analyse ou non.

Analyser les échantillons aussitôt que possible et au plus tard 2 jours après le prélèvement. Les conserver à l'obscurité entre 0 et 5 °C si le temps de stockage excède 6 h.

Agiter les bouteilles utilisées pour la conservation et s'assurer que leurs contenus sont bien homogénéisés avant de prélever une prise d'essai pour l'analyse.

7 Mode opératoire

7.1 Vérifier que tous les flacons et les tubes à essais (5.2) utilisés dans le mode opératoire soient parfaitement propres (voir 5.2).

7.2 Diluer les échantillons ayant un indice de permanganate élevé de façon à ce que les résultats pour les échantillons dilués soient dans la zone de 2,5 à 10 mg/l.

7.3 Transférer, à l'aide d'une pipette, $25,0 \pm 0,25 \text{ ml}$ d'échantillon (ou d'échantillon dilué) dans un tube à essai. Ajouter $5 \pm 0,5 \text{ ml}$ d'acide sulfurique et mélanger en agitant doucement.

Placer le tube à essai dans le bain d'eau bouillante (5.1) pendant $10 \pm 2 \text{ min}$.

Ajouter $5 \pm 0,05 \text{ ml}$ de la solution étalon de permanganate de potassium (4.6) et démarrer de chronométrage.

Après $10 \text{ min} \pm 15 \text{ s}$, ajouter $5 \pm 0,05 \text{ ml}$ de la solution étalon d'oxalate de sodium (4.4) et attendre que la solution se décolore. Titrer pendant que la solution est encore chaude, avec la solution étalon de permanganate de potassium (4.6) jusqu'à une coloration rose pâle persistante pendant environ 30 s. Noter le volume de solution de permanganate consommé, soit V_1 .

7.4 Effectuer parallèlement à la détermination, un essai à blanc en utilisant le même mode opératoire, mais en remplaçant la prise d'essai par 25 ml d'eau. Noter le volume de solution de permanganate consommé, soit V_0 .

Conserver la solution titrée pour l'étalonnage de la solution étalon de permanganate de potassium (4.6), comme décrit en 7.5.

7.5 À la solution titrée conservée de la détermination du blanc (7.4), ajouter $5,00 \pm 0,05 \text{ ml}$ de la solution d'oxalate (4.4). Réchauffer la solution, si nécessaire, à environ 80 °C et titrer avec le permanganate (4.6) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante pendant environ 30 s. Noter le volume de solution de permanganate consommé, soit V_2 .

NOTE — Il est d'une bonne pratique de laisser les solutions titrées dans les tubes à essai jusqu'à ce qu'elles soient requises pour la détermination suivante de l'indice de permanganate.