

NORME INTERNATIONALE

**ISO
8467**

Deuxième édition
1993-06-15

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

Water quality — Determination of permanganate index
(standards.iteh.ai)

ISO 8467:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/288cb518-6ec9-48c1-b83b-f40e9b67afba/iso-8467-1993>



Numéro de référence
ISO 8467:1993(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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert 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*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/288cb518-6ec9-48c1-b83b-e10e9b67afba/iso-8467-1993>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8467:1986), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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 6060:1989, *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.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8467:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/288cb518-6ec9-48c1-b83b-f40e9b67afba/iso-8467-1993>

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

1 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, aux eaux potables, eaux minérales naturelles, eaux de table, eaux de source, ainsi qu'aux eaux de piscine. La méthode est utilisée pour la détermination du paramètre «oxydabilité». Elle est applicable à des eaux ayant une concentration en ion chlorure inférieure à 300 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 0,5 mg/l.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/si/40e9b67afba/iso-8467-1993>

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

3 Définition

3.1 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.

4 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 1 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.

5 Réactifs

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

NOTE 2 Une eau non réductrice peut être préparée comme suit. Ajouter 10 ml d'acide sulfurique (5.3) et un petit excès de la solution mère de permanganate de potassium (5.6) 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.

Le volume de la solution titrée consommée de permanganate de potassium V_0 (voir 8.4) ne doit pas excéder 0,1 ml, sinon il y aura lieu de répéter le mode opératoire ou d'utiliser une eau moins polluée.

5.1 Acide sulfurique, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$, 18 mol/l.

5.2 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 (5.1) à 500 ml d'eau. Laisser refroidir et diluer à 1 litre.

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

Ajouter lentement et sous agitation continue, 110 ml d'acide sulfurique (5.1) à environ 500 ml d'eau. Ajouter lentement la solution de permanganate de potassium (5.7) jusqu'à persistance d'une coloration rose pâle. Laisser refroidir et compléter avec de l'eau à 1 litre.

5.4 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.

5.5 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 ml $\pm$ 0,25 ml de la solution mère d'oxalate de sodium (5.4), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Cette solution titrée est stable pendant 2 semaines.

NOTE 3 Des solutions prêtes à l'emploi disponibles dans le commerce peuvent être utilisées.

5.6 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 °C à 95 °C pendant 2 h, refroidir et stocker pendant au moins 2 jours. Décantier la solution claire. Stocker dans une bouteille sombre.

5.7 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 (5.6), 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 8.5 tient automatiquement compte de sa concentration exacte à inclure dans le calcul en 9.1.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 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 °C et 98 °C et soient maintenues à cette température, ceci lors du chauffage initial et durant les stades de la réaction.

6.2 Tubes à essai, de 150 mm à 200 mm de longueur et de 25 mm à 35 mm de diamètre et de 0,5 mm à 1 mm d'épaisseur de paroi. 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 doit habituellement pas dépasser 0,1 ml.

6.3 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.

6.4 Fioles jaugées, de 100 ml et de 1 000 ml de capacité.

6.5 Pipettes, de 5 ml, 10 ml, 25 ml, 50 ml, et 100 ml.

7 Échantillonnage et échantillons

Immédiatement après réception de l'échantillon au laboratoire, ajouter 5 ml d'acide sulfurique (5.2) 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 °C 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.

8 Mode opératoire

8.1 Vérifier que tous les flacons et les tubes à essais (6.2) utilisés dans le mode opératoire soient parfaitement propres (voir 6.2).

8.2 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 0,5 mg/l à 10 mg/l.

8.3 Transférer, à l'aide d'une pipette, 25,0 ml $\pm$ 0,25 ml d'échantillon (ou d'échantillon dilué) dans un tube à essai. Ajouter 5 ml $\pm$ 0,5 ml d'acide sulfurique (5.3) et mélanger en agitant doucement.

Placer le tube à essai dans le bain d'eau bouillante (6.1) pendant 10 min $\pm$ 2 min.

Ajouter 5 ml $\pm$ 0,05 ml de la solution étalon de permanganate de potassium (5.7) et démarrer le chronométrage.

Après 10 min $\pm$ 15 s ajouter 5 ml $\pm$ 0,05 ml de la solution étalon d'oxalate de sodium (5.5) et attendre que la solution se décolore. Titrer pendant que la solution est encore chaude, avec la solution étalon de permanganate de potassium (5.7) jusqu'à une coloration rose pâle persistante pendant environ 30 s. Noter le volume, V_1 , de solution de permanganate consommé.

8.4 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, V_0 , de solution de permanganate consommé.

Conserver la solution titrée pour l'étalonnage de la solution étalon de permanganate de potassium (5.7), comme décrit en 8.5.

8.5 À la solution titrée conservée de la détermination du blanc (8.4), ajouter 5,00 ml $\pm$ 0,05 ml de la solution d'oxalate de sodium (5.5). Réchauffer la solution, si nécessaire, à environ 80 °C et titrer avec le permanganate (5.7) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante pendant environ 30 s. Noter le volume, V_2 , de solution de permanganate consommé.

NOTE 4 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.

9 Expression des résultats

9.1 Calcul

Calculer l'indice de permanganate, I_{Mn} , exprimé en milligrammes d'oxygène par litre, à l'aide de l'expression

$$I_{Mn} = \frac{V_1 - V_0}{V_2} \cdot f \quad \dots (1)$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate consommé dans le dosage du blanc (8.4);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate consommé dans le dosage de la prise d'essai (8.3);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate consommé pour l'étalonnage (8.5);

f est le facteur, en milligrammes par litre, utilisé pour recalculer l'oxygène et pour tenir compte du volume d'échantillon utilisé; f est calculé comme suit:

$$f = \frac{V_4 \cdot c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot M_0 \cdot 1\,000}{1\,000 \cdot V_5}$$

où

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution étalon d'oxalate de sodium (5.5) consommé pour la détermination selon 8.5 (dans le cas présent: 5);

$c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ est la concentration de quantité de matière, en millimoles par litre, de la solution étalon d'oxalate de sodium (5.5) (dans le cas présent: 5);

1 000 (numérateur) est le facteur utilisé pour calculer $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$, de mmol/l en mmol/ml, en millilitres par litre;

M_0 est la masse molaire, en milligrammes d'oxygène par millimole, pour recalculer l'oxygène (dans le cas présent: 16);

V_5 est le volume d'échantillon utilisé, en millilitres (dans le cas présent: 25);

1 000 (dénominateur) est le facteur utilisé pour recalculer la valeur mesurée à 1 litre du volume d'échantillon, en millilitres par litre.

9.2 Fidélité

9.2.1 Écart-type intra-laboratoire

Tableau 1

Échantillon	Indice de permanganate trouvé	Écart-type	Nombre de degrés de liberté
	mg/l	mg/l	
Eau du robinet ¹⁾	1,28 à 1,94	0,06 à 0,21	10
Résorcinol ²⁾ (1,0 mg/l)	1,63 à 2,04	0,06 à 0,20	10
Résorcinol ²⁾ (6,0 mg/l)	9,32 à 10,28	0,07 à 0,27	10
Eaux potables et brutes diverses ³⁾	0,23 à 8,17	0,05 à 0,60	Divers jusqu'à 10

1) Gamme de résultats obtenue pour une eau du robinet de distribution, analysée dans six laboratoires. N.B. La gamme des indices trouvés ne doit pas être considérée comme indicatrice d'un biais interlaboratoire, du fait de l'instabilité possible de l'échantillon.

2) Gamme de résultats obtenue par sept laboratoires pour une solution de résorcinol préparée par chaque laboratoire à partir d'un échantillon de résorcinol distribué.

3) Gamme d'écart-types pour diverses eaux brutes et potables; données obtenues à partir de cinq laboratoires.

9.2.2 Écart-type global

Tableau 2

Échantillon	Indice de permanganate trouvé	Écart-type	Nombre de degrés de liberté
	mg/l	mg/l	
Résorcinol ¹⁾ (1,0 mg/l)	1,83	0,10	20
Résorcinol ¹⁾ (6,0 mg/l)	9,95	0,12	23

1) Écart-types globaux obtenus par un seul laboratoire pour plusieurs lots.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- la référence à la présente Norme internationale;
- l'identification précise de l'échantillon;
- tout prétraitement, tel que filtration ou sédimentation ayant une importance sur le résultat;
- les résultats avec deux chiffres significatifs, exprimés en milligrammes par litre;
- toute modification du mode opératoire ou tout incident susceptible d'avoir agi sur les résultats.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8467:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/288cb518-6ec9-48c1-b83b-f40e9b67afba/iso-8467-1993>