

---

---

**Qualité de l'eau — Dosage des sulfates —  
Méthode gravimétrique au chlorure de baryum**

*Water quality — Determination of sulfate — Gravimetric method using  
barium chloride*

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

ISO 9280:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcf2b8d-9783-4fbb-bb2e-a1e19ec86a89/iso-9280-1990>



## 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 9280 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

[ISO 9280:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcf2b8d-9783-4fbb-bb2e-a1e19ec86a89/iso-9280-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcf2b8d-9783-4fbb-bb2e-a1e19ec86a89/iso-9280-1990>

© ISO 1990

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

# Qualité de l'eau — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique au chlorure de baryum

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode gravimétrique permettant de doser les sulfates dans l'eau. Cette méthode est applicable à l'analyse de tous types d'eau, y compris l'eau de mer et la plupart des effluents industriels. Pour toute information concernant les interférences potentielles, voir l'article 8.

Il est possible de déterminer une concentration en sulfate (exprimée sous la forme  $\text{SO}_4^{2-}$ ) dans la plage 10 mg/l à 5 000 mg/l à l'aide de la prise d'essai spécifiée (6.1). Il est possible de déterminer des concentrations plus élevées après dilution de l'échantillon pour laboratoire.

La limite inférieure de détection (avec neuf degrés de liberté) est

$$\text{SO}_4^{2-} = 10 \text{ mg/l}$$

## 2 Principe

Acidification de l'échantillon avec de l'acide chlorhydrique, suivie d'une ébullition avec une solution de chlorure de baryum pendant au moins 20 min, afin de favoriser la coagulation du précipité de sulfate de baryum. Filtration sur un creuset taré en verre fritté, élimination des chlorures du précipité par lavage, séchage à 105 °C et pesage à nouveau lorsque le précipité est froid. L'augmentation de la

masse du creuset est due au précipité de sulfate de baryum qui se forme par réaction du baryum avec les ions sulfate de l'échantillon.

## 3 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente.

### 3.1 Acide chlorhydrique, solution $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$ .

Mélanger avec précaution 500 ml  $\pm$  10 ml d'acide chlorhydrique concentré [ $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$ ] avec de l'eau et diluer à 1 litre dans une éprouvette graduée.

Conserver dans une bouteille de verre ou de polyéthylène. La solution est stable indéfiniment.

### 3.2 Chlorure de baryum, dihydraté, solution à 100 g/l.

**AVERTISSEMENT — Le chlorure de baryum est toxique et nocif par ingestion.**

Dissoudre 100 g  $\pm$  1 g de chlorure de baryum dihydraté ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans environ 800 ml d'eau en chauffant le mélange pour faciliter la dissolution. Refroidir la solution et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

Conserver dans une bouteille en verre ou en polyéthylène. La solution est stable indéfiniment.

**3.3 Hydroxyde de sodium**, solution  $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/l}$ .

**AVERTISSEMENT** — Une solution d'hydroxyde de sodium est dangereuse au contact avec la peau et les yeux.

Dissoudre 20,0 g d'hydroxyde de sodium dans 100,0 ml d'eau en agitant.

Conserver dans une bouteille de polyéthylène.

**3.4 Indicateur d'orange de méthyle**, solution à 1 g/l.

Dissoudre 100 mg d'orange de méthyle dans environ 50 ml d'eau, en chauffant le mélange pour faciliter la dissolution. Refroidir la solution et diluer à 100 ml avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

Conserver dans une bouteille de verre ou de polyéthylène. La solution est stable indéfiniment.

**3.5 Nitrate d'argent**, solution à environ 0,1 mol/l.

Dissoudre  $17 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$  de nitrate d'argent,  $\text{AgNO}_3$ , dans environ 800 ml d'eau et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

Conserver dans une bouteille en verre inactinique. La solution est stable indéfiniment si elle est protégée de la lumière.

**3.6 Éthanol**,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ , ou alcool dénaturé (95 % éthanol, 5 % méthanol).

**3.7 Chlorure de sodium**, solution à 100 g/l.

Dissoudre  $10,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  de chlorure de sodium,  $\text{NaCl}$ , dans environ 100 ml d'eau.

Conserver dans une bouteille en verre ou en polyéthylène.

**3.8 Carbonate de sodium**, anhydre,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

## 4 Appareillage

**4.1 Creusets en verre fritté**, d'une capacité d'environ 30 ml, valeur de porosité 4.

**4.2 Fiole à filtrer**, équipée d'un dispositif de sécurité pour le filtrage à vide.

**4.3 Balance analytique**, d'une précision d'au moins 0,0002 g.

**4.4 Capsule à fond plat en platine**, d'une capacité de 250 ml.

## 5 Échantillonnage et échantillons

### 5.1 Échantillonnage

Prélever des échantillons dans des flacons en verre ou en polyéthylène et analyser le jour du prélèvement ou conserver à  $2^\circ\text{C} - 5^\circ\text{C}$  pendant une semaine au maximum. Afin d'éliminer le risque d'oxydation par l'air des échantillons contenant des sulfures ou des sulfites, remplir complètement les flacons pour en chasser l'air.

**NOTE 1** Les échantillons à faible teneur en matière organique peuvent être conservés pendant des périodes plus longues, mais il faudrait effectuer des essais afin de s'assurer que les échantillons sont suffisamment stables.

### 5.2 Préparation de l'échantillon d'essai

Pour déterminer le sulfate dans la solution, laisser décanter toute matière en suspension avant de prélever la prise d'essai (6.1). On peut également filtrer l'échantillon de laboratoire sur un filtre en papier sans cendres à texture serrée afin de préparer un échantillon d'essai.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Prise d'essai

La prise d'essai doit avoir un volume compris entre 10 ml et 200 ml et ne doit pas contenir plus de 50 mg d'ions sulfate. À l'aide d'une pipette, prélever la prise d'essai de l'échantillon décanté (voir 5.2).

**NOTE 2** Pour les échantillons d'essai agités qui contiennent de grandes quantités de matières en suspension, il peut être nécessaire de mesurer la prise d'essai dans une éprouvette graduée, mais cela entraînera probablement une diminution de la précision et de la fiabilité de la méthode.

### 6.2 Prétraitement

**6.2.1** Mesurer la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 500 ml et ajouter 2 gouttes d'indicateur orange de méthyle (3.4). Neutraliser la prise d'essai avec de l'acide chlorhydrique (3.1) ou une solution d'hydroxyde de sodium (3.3) selon le pH initial. Ajouter  $2 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$  d'acide chlorhydrique (3.1) puis, si nécessaire, ajouter de l'eau afin de porter le volume total dans le bécher à  $200 \text{ ml} \pm 20 \text{ ml}$ . Faire bouillir le contenu du bécher pendant au moins 5 min.

Si la solution est claire après l'ébullition, passer à 6.3. S'il y a des matières insolubles, filtrer le mélange chaud sur un filtre sans cendres à texture serrée et laver le filtre dans une petite quantité

d'eau en ajoutant les produits de lavage au filtrat. Transférer quantitativement dans un bécher de 500 ml et poursuivre comme indiqué en 6.3.

**6.2.2** Si l'on soupçonne que les matières insolubles retenues par le papier filtre contiennent du sulfate insoluble et si l'on souhaite inclure cet élément dans le résultat final, conserver le papier filtre et suivre le mode opératoire indiqué en 9.2.

**6.2.3** S'il y a de la silice dans la prise d'essai à des concentrations susceptibles d'interférer (voir article 8), suivre la méthode de prétraitement indiquée en 9.1.

**6.2.4** S'il y a des matières organiques dans la prise d'essai à des concentrations susceptibles d'interférer (voir article 8), suivre la méthode de prétraitement indiquée en 9.1.

### 6.3 Précipitation

Faire bouillir la solution obtenue à la fin du prétraitement (6.2) et ajouter lentement 10 ml  $\pm$  1 ml (environ 80 °C) de solution de chlorure de baryum (3.2) à l'aide d'une pipette. Chauffer pendant au moins 1 h, recouvrir et laisser refroidir et reposer jusqu'au lendemain à 50 °C  $\pm$  10 °C.

NOTE 3 Si l'on ajoute lentement le chlorure de baryum chaud, cela réduit la possibilité de coprecipitation. Un chauffage postérieur facilite la coagulation du précipité et, le rendant plus cristallin, réduit encore la coprecipitation.

### 6.4 Filtration

#### 6.4.1 Mode opératoire

Sécher un creuset en verre fritté (4.1) en le chauffant à 105 °C pendant 1 h et le laisser refroidir dans un dessiccateur.

Peser le creuset avec précision (à 0,000 2 g près), puis le placer sur une fiole à filtrer (4.2). Filtrer le précipité sous vide modéré. Utiliser une baguette en verre à extrémité en caoutchouc pour mettre en suspension tout précipité restant dans le bécher et rincer à l'eau froide dans le creuset. Laver le précipité dans le creuset à l'eau froide exempte de chlorures.

#### 6.4.2 Essai de détection du chlorure dans les eaux de lavage

Recueillir environ 5 ml du filtrat de 6.4.1 dans un petit bécher contenant environ 5 ml de solution de nitrate d'argent (3.5). Pour s'assurer que les eaux de lavage, et par conséquent le précipité de sulfate de baryum, sont exempts de chlorures, observer le mélange afin de vérifier que ne se forme ni précipité ni turbidité, sinon poursuivre le lavage.

NOTE 4 Il est également important de vérifier qu'il ne reste pas de chlorure sur le rebord de la surface inférieure du creuset.

### 6.5 Séchage et pesage

Retirer le creuset et le sécher à 105 °C  $\pm$  2 °C pendant environ 1 h. Transférer le creuset dans un dessiccateur et le peser lorsqu'il est revenu à la température ambiante de façon à connaître précisément sa masse. Replacer le creuset dans l'étuve de séchage pendant encore 10 min et répéter les opérations de refroidissement et de pesage. Si la seconde masse ne diffère pas de plus de 0,000 2 g de la première, relever la valeur de la seconde masse, sinon répéter les opérations de séchage, de refroidissement et de pesage jusqu'à ce que deux valeurs successives de masse ne diffèrent pas de plus de 0,000 2 g.

NOTE 5 On peut arriver à des périodes de séchage plus courtes si l'on lave le précipité avec trois fractions de 5 ml d'éthanol 3.6).

### 6.6 Essai à blanc

Pour le contrôle de l'essai à blanc, suivre un mode opératoire identique à celui indiqué en 6.3 à 6.5, mais en utilisant 200 ml  $\pm$  20 ml d'eau.

Soustraire la masse du creuset relevée avant la filtration comme en 6.4 de celle relevée après la filtration comme en 6.5 afin d'obtenir la masse de l'essai à blanc en grammes.

NOTE 6 S'il est nécessaire de filtrer pendant le prétraitement de l'échantillon (6.2), la portion d'eau utilisée pour l'essai à blanc doit d'abord être filtrée comme le décrit le second alinéa de 6.2.1, à moins que des essais préalables ne démontrent que la filtration n'a aucune influence sur le blanc.

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Calcul

Calculer la masse du sulfate de baryum  $m$  exprimée en grammes, au moyen de l'équation suivante:

$$m = m_2 - m_1 - m_0 \quad \dots (1)$$

où

$m_0$  est la masse de l'essai à blanc, en grammes, calculée en 6.6;

$m_1$  est la masse du creuset, en grammes, relevée en 6.4;

$m_2$  est la masse du creuset, en grammes, relevée en 6.5.

Calculer la concentration en sulfate, exprimée en milligrammes par litre, en  $\text{SO}_4^{2-}$ , par l'équation

$$\frac{m \times 1000 \times 0,4116}{V} \dots (2)$$

où

$m$  est la masse, en grammes, du précipité de sulfate de baryum;

$V$  est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (voir 6.1);

0,411 6 est le facteur gravimétrique.

**Tableau 1 — Facteurs de conversion pour d'autres unités de concentration (c)**

	$\text{SO}_4^{2-}$ mg/l	$c(\text{SO}_4^{2-})$ mmol/l	Soufre S mg/l
$\text{SO}_4^{2-} = 1 \text{ mg/l}$	1	0,010 41	0,333 8
$c(\text{SO}_4^{2-}) = 1 \text{ mmol/l}$	96,06	1	32,06

**7.2 Fidélité**

Les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité ont été déterminés comme indiqué au tableau 2.

**Tableau 2 — Écarts-types de répétabilité et de reproductibilité**

Échantillon	Volume de la prise d'essai	Concentration en sulfate	$\sigma_r$	$CV_r$	$\sigma_R$	$CV_R$
	ml	mg/l	mg/l	%	mg/l	%
1	200	50	3,3			
2	20	210	3,3	1,6	6,9	3,3
3	20	583	8,4	1,4	12,9	2,1
4	20	1 160	9,3	0,8	11,6	1,0
5	20	1 500	21,3			
6	20	5 000	28,4			

où

$\sigma_r$  est l'écart-type de répétabilité;

$CV_r$  est le coefficient de variation de répétabilité;

$\sigma_R$  est l'écart-type de reproductibilité;

$CV_R$  est le coefficient de variation de reproductibilité.

1, 5, 6: Solutions étalons, données du Royaume-Uni, un laboratoire, 9 degrés de liberté.

2: données de RFA, 10 laboratoires, 37 degrés de liberté.

3: données de RFA, 10 laboratoires, 35 degrés de liberté.

4: données de RFA, 9 laboratoires, 32 degrés de liberté.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 9280:1990

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/siv/5dc2b8d-9783-4fbb-bb2e-ec86a89/iso-9280-1990

**8 Interférences**

Le sulfure et le sulfite pourraient interférer si les échantillons sont indûment exposés à l'air en causant l'oxydation en sulfate avant l'analyse. Sinon, tous sulfures et tous sulfites présents au début de l'analyse disparaissent respectivement sous la forme gazeuse de sulfure d'hydrogène et de dioxyde de soufre lorsqu'on porte les échantillons à ébullition lors du prétraitement (6.2).

Les composants organiques présents en quantités importantes (par exemple, un échantillon ayant un indice de permanganate supérieur à 30 mg/l  $\text{O}_2$ ) peuvent interférer par absorption ou coprecipitation. Suivre le mode opératoire indiqué à l'article 9 pour surmonter cette difficulté.

Les quantités d'autres ions inorganiques contenues dans la prise d'essai (6.1) et au-dessous desquelles il est peu probable qu'il y ait des interférences, sont indiquées au tableau 3.

**Tableau 3 — Tolérance vis-à-vis des autres ions**

Ions	Exprimé sous la forme	Masse maximale dans la prise d'essai
		mg
Chromate	$\text{CrO}_4^{2-}$	10
Phosphate	$\text{PO}_4^{2-}$	10
Nitrate	$\text{NO}_3^{2-}$	100
Silicate	$\text{SiO}_2^{2-}$	2,5
Calcium	$\text{Ca}^{2+}$	100
Fer(III)	$\text{Fe}^{3+}$	50

## 9 Cas spéciaux

### 9.1 Extraction des composants organiques

Prélever la prise d'essai (6.1) dans une capsule à fond plat en platine (4.4) et ajouter 2 gouttes d'indicateur d'orange de méthyle (3.4).

Neutraliser la prise d'essai avec de l'acide chlorhydrique (3.1) ou de l'hydroxyde de sodium (3.3) conformément au pH initial, puis ajouter 2,0 ml d'acide chlorhydrique. Laisser évaporer pratiquement jusqu'à siccité au bain d'eau bouillante, puis ajouter 5 gouttes de solution de chlorure de sodium (3.7) au liquide restant. Laisser évaporer jusqu'à siccité complète, puis chauffer la capsule jusqu'à ce qu'elle devienne rouge sombre naissant (700 °C environ) sur une flamme de bec Bunsen ou dans un four à moufle pour réduire en cendres.

Laisser refroidir puis humidifier les cendres avec environ 10 ml d'eau. Ajouter 5 gouttes d'acide chlorhydrique (3.1) et laisser évaporer jusqu'à siccité au bain d'eau bouillante. Puis laisser légèrement refroidir, ajouter 3 ml  $\pm$  1 ml d'eau et chauffer le mélange dans la capsule presque jusqu'au point d'ébullition. Puis procéder comme en 6.2, en commençant au deuxième alinéa de 6.2.1 par «... filtrer le mélange chaud...».

### 9.2 Détermination du sulfate dans la matière insoluble

9.2.1 Placer le papier filtre de 6.2.2 dans une capsule à fond plat en platine recouverte (4.4) et chauffer soit à la flamme d'un bec Bunsen, soit en plaçant dans un four à moufle à température ambiante et en montant en température jusqu'à 500 °C afin de brûler complètement le papier. Mélanger le résidu dans la capsule à 4 g  $\pm$  0,1 g de carbonate de sodium anhydre (3.8) et chauffer fortement pour fondre le mélange en le maintenant en fusion pendant 15 min. Laisser refroidir.

Ajouter 50 ml d'eau dans la capsule en platine, chauffer pour dissoudre le mélange fondu, puis filtrer la solution à travers un papier filtre à filtration rapide. Laver le filtre avec 20 ml d'eau. Avec la combinaison du filtrat et des produits de lavage, procéder comme en 6.2 à 6.6, en commençant, dans la première phrase de 6.2 par «... ajouter 2 gouttes d'indicateur d'orange de méthyle ...»

Il y a lieu de noter qu'il se produit un fort dégagement de CO<sub>2</sub> quand l'acide est ajouté.

9.2.2 Calculer la concentration additionnelle en sulfate SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> en milligrammes par litre, comme décrit à l'article 7, et l'ajouter à la concentration en sulfate soluble déterminée sur le filtrat produit pendant le prétraitement (6.2) pour arriver à la concentration totale en sulfate.

## 10 Notes sur le mode opératoire

### Nettoyage des creusets en verre frittés utilisés

On peut enlever le sulfate de baryum des creusets après l'analyse en les trempant jusqu'au lendemain dans une solution contenant environ 5 g de sel disodique de l'acide éthylènediaminetétracétique (EDTA, sel de disodium) et environ 25 ml d'éthanolamine [CH<sub>2</sub>(OH)CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>] par litre d'eau. Après le trempage, laver les creusets en retirant toute l'eau par aspiration sous vide avant le séchage et la réutilisation dans les analyses suivantes.

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- une référence à la présente Norme internationale.
- l'identification complète de l'échantillon;
- les résultats, arrondis à 1 mg/l (valeurs inférieures à 100 mg/l), mais avec pas plus de trois chiffres significatifs (valeurs supérieures à 100 mg/l arrondies à 10 mg/l) ou les données concernant la précision;
- une mention de la répétabilité obtenue;
- les détails de la préparation de l'échantillon d'essai (voir article 5);
- l'utilisation éventuelle de l'un des modes opératoires spéciaux;
- toute opération non spécifiée dans la méthode ou considérée comme optionnelle qui aurait pu affecter les résultats ainsi que toute autre information concernant la procédure suivie.

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

ISO 9280:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3dcf2b8d-9783-4fbb-bb2e-a1e19ec86a89/iso-9280-1990>

---

---

**CDU 556.114:543.35:543.21**

**Descripteurs:** eau, qualité, analyse chimique, dosage, sulfate, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 5 pages

---

---