
**Qualité de l'eau — Dosage des
orthophosphates et du phosphore total
par analyse en flux (FIA et CFA) —**

**Partie 1:
Méthode par analyse avec injection
en flux (FIA)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Water quality — Determination of orthophosphate and total phosphorus
contents by flow analysis (FIA and CFA) —*

Part 1: Method by flow injection analysis (FIA)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00d6d291-2c3b-4a6a-888d-f104ea984888/iso-15681-1-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15681-1:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00d6d291-2c3b-4a6a-888d-f104ea984888/iso-15681-1-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00d6d291-2c3b-4a6a-888d-f104ea984888/iso-15681-1-2003>

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Interférences	2
3.1 Interférences générales	2
3.2 Interférences sur le dosage du phosphore total	2
4 Principe	2
4.1 Dosage des orthophosphates	2
4.2 Phosphore total avec digestion manuelle	3
5 Réactifs	3
6 Appareillage	6
6.1 Analyse avec injection en flux (FIA)	6
6.2 Appareillage supplémentaire	7
6.3 Appareillage supplémentaire pour le dosage du phosphore total	7
7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	7
8 Mode opératoire	7
8.1 Préparation pour l'analyse	7
8.2 Contrôles des performances de l'instrument	8
8.3 Contrôle du réactif à blanc	8
8.4 Étalonnage	8
8.5 Vérification de l'efficacité de la digestion pour le dosage du phosphore total	9
8.6 Mesurage	9
8.7 Arrêt du dispositif	9
9 Calcul des résultats	9
10 Expression des résultats	10
11 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Exemple de dispositif FIA	11
Annexe B (informative) Fidélité et exactitude	12
Annexe C (informative) Dosage des orthophosphates-P et du phosphore total par FIA, avec réduction par l'acide ascorbique	14
Annexe D (informative) Remplacement du sulfate d'hydrazine par le DEHA (N,N-diéthylhydroxylamine)	20
Bibliographie	21

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 15681-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'ISO 15681 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Dosage des orthophosphates et du phosphore total par analyse en flux (FIA et CFA)*:

— *Partie 1: Méthode par analyse avec injection en flux (FIA)*

— *Partie 2: Méthode par analyse en flux continu (CFA)*

Introduction

Les méthodes de détermination de la qualité de l'eau par analyse en flux permettent l'automatisation des modes opératoires en chimie humide, et conviennent tout particulièrement au traitement de nombreux analytes dans l'eau en grandes séries d'échantillons à une fréquence d'analyse élevée.

L'analyse peut être effectuée par analyse avec injection en flux (FIA) [1], [2] ou par analyse en flux continu (CFA) [3]. Ces deux méthodes ont en commun le dosage automatique de l'échantillon dans un dispositif en flux («manifold») dans lequel l'analyte de l'échantillon réagit avec les solutions de réactifs au cours de sa circulation dans le manifold. La préparation de l'échantillon peut être intégrée dans le manifold. La quantité de produit de réaction est mesurée dans un détecteur à flux (par exemple un photomètre à flux). La présente partie de l'ISO 15681 traite de la méthode par FIA.

Il convient que l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 15681 étudie s'il sera nécessaire, pour des problèmes particuliers, de spécifier des conditions particulières supplémentaires, et dans quelle mesure.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15681-1:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00d6d291-2c3b-4a6a-888d-f104ea984888/iso-15681-1-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00d6d291-2c3b-4a6a-888d-f104ea984888/iso-15681-1-2003>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15681-1:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00d6d291-2c3b-4a6a-888d-f104ea984888/iso-15681-1-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00d6d291-2c3b-4a6a-888d-f104ea984888/iso-15681-1-2003>

Qualité de l'eau — Dosage des orthophosphates et du phosphore total par analyse en flux (FIA et CFA) —

Partie 1: Méthode par analyse avec injection en flux (FIA)

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente partie de l'ISO 15681 soient familières avec les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 15681 ne prétend pas aborder tous les éventuels problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des pratiques de santé et de sécurité appropriées et de s'assurer de la conformité aux exigences réglementaires nationales. Il convient d'éliminer de manière appropriée les solutions de rejet de molybdate et d'antimoine. Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément à la présente partie de l'ISO 15681 soient effectués par un personnel convenablement qualifié.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 15681 spécifie des méthodes par analyse avec injection en flux (FIA) pour le dosage des orthophosphates dans le domaine de concentrations en masse allant de 0,01 mg/l à 1,0 mg/l (P), et pour le dosage du phosphore total par digestion manuelle conformément à l'ISO 6878 [5], [6] pour le domaine de concentrations en masse allant de 0,1 mg/l à 10 mg/l (P). Il est possible de modifier le domaine d'application en faisant varier les conditions opératoires.

La présente partie de l'ISO 15681 est applicable à différents types d'eau (tels que eau souterraine, eau potable, eau de surface, lixiviats et eaux usées).

La présente méthode est également applicable à l'analyse de l'eau de mer moyennant une modification de la sensibilité et une adaptation des solutions vecteurs et des solutions d'étalonnage à la salinité des échantillons.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*

ISO 5667-2, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

ISO 6878:—¹⁾, *Qualité de l'eau — Dosage du phosphore — Méthode spectrométrique au molybdate d'ammonium*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

3 Interférences

3.1 Interférences générales

L'ISO 6878:—, Annexe B donne une liste des interférences générales. En outre, ou contrairement à la norme citée, les recommandations suivantes s'appliquent.

- a) L'arséniate provoque d'importantes interférences. 100 µg/l de As, sous forme d'arséniate, donne une réponse comparable à environ 30 µg/l (P).
- b) Si la concentration en silicates dans les échantillons est inférieure ou égale à 60 fois la concentration en phosphore, les interférences par le silicate sont négligeables.
- c) L'interférence des fluorures est significative au-delà de 50 mg/l.
- d) L'interférence des nitrites est significative au-delà de 5 mg/l. L'interférence peut être éliminée en acidifiant les échantillons après leur prélèvement.
- e) Pour les échantillons contenant de fortes concentrations en agents oxydants, la quantité de réactif de réduction ajoutée peut être insuffisante. Dans ce cas, il est conseillé d'éliminer le matériau oxydant avant la digestion.
- f) L'auto-absorption de l'échantillon peut être compensée par mesurage, en plus du signal de l'échantillon (8.6), du signal de l'échantillon sans l'ajout du mélange de réactifs. Dans ce cas, la différence entre les deux réponses est utilisée pour l'évaluation (voir l'Article 9).

3.2 Interférences sur le dosage du phosphore total

Les interférences des silicates, nitrites, fluorures et du fer décrites pour le dosage des orthophosphates ne sont généralement pas observées en raison de la pré-digestion et de la gamme d'analyse plus élevée.

L'efficacité de la digestion peut être affectée par des échantillons d'eau ayant une valeur de demande chimique en oxygène (DCO) égale à plus de 10 fois la concentration la plus élevée des solutions d'étalonnage (5.16). Dans ce cas, il convient de diluer l'échantillon.

4 Principe

4.1 Dosage des orthophosphates

L'échantillon est injecté dans un flux vecteur, qui est mélangé avec une solution acide de molybdate d'ammonium.

L'acide molybdophosphorique qui en résulte est ensuite réduit par le chlorure d'étain(II) en bleu de molybdène ^{[4], [5]}.

1) À publier.

4.2 Phosphore total avec digestion manuelle

Les composés phosphorés de l'échantillon sont oxydés manuellement avec une solution de peroxydisulfate de potassium, conformément à l'ISO 6878. Les orthophosphates obtenus sont déterminés par réaction au bleu de molybdène, comme indiqué en 4.1 [5], [6].

5 Réactifs

Utiliser des produits chimiques de qualité analytique, sauf spécification contraire. La valeur à blanc en phosphate doit être vérifiée (voir 8.3).

Dégazer soigneusement toutes les solutions vecteurs et les solutions de réactifs pour les dosages FIA avant utilisation, par exemple par filtration sous vide ou en purgeant avec de l'hélium (pendant au moins 10 min).

5.1 Eau, conforme à la qualité 1 de l'ISO 3696.

5.2 Acide sulfurique, H_2SO_4 .

5.2.1 Acide sulfurique (I), $\rho = 1,84$ g/ml, 98 % (fraction massique).

5.2.2 Acide sulfurique (II), $c(H_2SO_4) = 2,45$ mol/l.

Dans environ 800 ml d'eau (5.1), ajouter doucement, tout en agitant, 136 ml d'acide sulfurique (I) (5.2.1). Laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

5.3 Heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté, $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$.

5.4 Sulfate d'hydrazine, $N_2H_6SO_4$. [ISO 15681-1:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00d6d291-2c3b-4a6a-888d-f184e084888c/iso-15681-1-2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00d6d291-2c3b-4a6a-888d-f184e084888c/iso-15681-1-2003)

5.5 Chlorure d'étain(II) dihydrate, $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

5.6 Peroxydisulfate de potassium, $K_2S_2O_8$.

5.7 Dihydrogénophosphate de potassium, KH_2PO_4 , séché à (105 ± 5) °C jusqu'à masse constante.

5.8 Pyrophosphate de potassium, $K_4P_2O_7$.

5.9 Composés organophosphorés, pour contrôler la digestion.

5.9.1 Pyridoxal-5-phosphate monohydraté, $C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$ ou bien

5.9.2 Phénylphosphate disodique, $C_6H_5Na_2PO_4$.

5.10 Solution de molybdate (R1 à la Figure A.1).

Dissoudre 35 ml d'acide sulfurique (I) (5.2.1) et 10 g d'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté (5.3) dans environ 800 ml d'eau (5.1), laisser refroidir et compléter à 1 000 ml.

La solution est stable pendant 3 mois lorsqu'elle est conservée à température ambiante.

5.11 Réactif au chlorure d'étain(II) (R2 à la Figure A.1).

Dissoudre 28 ml d'acide sulfurique (I) (5.2.1), 200 mg de chlorure d'étain(II) (5.5) et 2 g de sulfate d'hydrazine (5.4) dans environ 800 ml d'eau (5.1), laisser refroidir et compléter à 1 000 ml. Conserver à (4 ± 2) °C.

La solution est stable pendant une semaine lorsqu'elle est conservée à (4 ± 2) °C.

NOTE Il est possible d'utiliser la *N,N*-diéthylhydroxylamine, DEHA (voir l'Annexe D), au lieu de sulfate d'hydrazine (5.4). Cette modification n'a pas été validée lors de l'essai interlaboratoire cité en Annexe B.

5.12 Solutions vecteurs

5.12.1 Solution vecteur I, pour le dosage des orthophosphates (C1 à la Figure A.1).

La solution vecteur I est l'eau (5.1).

5.12.2 Solution vecteur II, pour le dosage du phosphore total après digestion manuelle (C1 à la Figure A.1).

Ajouter 5 ml d'acide sulfurique (I) (5.2.1) à 1 000 ml d'eau (5.1), puis mélanger.

5.13 Solution mère I d'orthophosphate, $\rho = 50,0$ mg/l (P).

Dissoudre (220 ± 1) mg de dihydrogénophosphate de potassium (5.7) dans de l'eau (5.1), puis compléter à 1 000 ml. Conserver dans une bouteille en verre hermétique.

La solution est stable pendant deux mois si elle est conservée à (4 ± 2) °C.

5.14 Solution mère II d'orthophosphate, $\rho = 10,0$ mg/l (P).

Diluer 20 ml de solution mère I d'orthophosphate (5.13) à 100 ml avec de l'eau (5.1).

Préparer une nouvelle solution chaque jour avant utilisation.

5.15 Solution mère III d'orthophosphate, $\rho = 1,00$ mg/l (P).

Diluer 2 ml de solution mère I d'orthophosphate (5.13) à 100 ml avec de l'eau (5.1).

Préparer une nouvelle solution chaque jour avant utilisation.

5.16 Solutions d'étalonnage

Préparer au moins cinq solutions d'étalonnage, de concentrations uniformément réparties sur tout le domaine de travail, en diluant les solutions 5.13 à 5.15 en fonction du domaine de travail requis.

Domaines:

Pour les orthophosphates:	Domaine II:	0,01 mg/l à 0,10 mg/l (P)
	Domaine I:	0,10 mg/l à 1,00 mg/l (P)
Pour le phosphore total:	Domaine II:	0,10 mg/l à 1,00 mg/l (P)
	Domaine I:	1,00 mg/l à 10,0 mg/l (P)

Les Tableaux 1 à 3 donnent des exemples pour la préparation de 10 solutions d'étalonnage pour les domaines mentionnés ci-avant.

Tableau 1 — Exemple pour la préparation de 10 solutions d'étalonnage pour le domaine II des orthophosphates [0,01 mg/l à 0,10 mg/l (P)]

Millilitres de solution mère III d'orthophosphate (5.15) diluée à 100 ml	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Concentration des solutions d'étalonnage, en mg/l (P)	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10

Tableau 2 — Exemple pour la préparation de 10 solutions d'étalonnage pour le domaine I des orthophosphates et le domaine II du phosphore total [0,10 mg/l à 1,00 mg/l (P)]

Millilitres de solution mère II d'orthophosphate (5.14) diluée à 100 ml	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Concentration des solutions d'étalonnage, en mg/l (P)	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50	0,60	0,70	0,80	0,90	1,00

Tableau 3 — Exemple pour la préparation de 10 solutions d'étalonnage pour le domaine I du phosphore total [1,00 mg/l à 10 mg/l (P)]

Millilitres de solution mère I d'orthophosphate (5.13) diluée à 100 ml	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Concentration des solutions d'étalonnage, en mg/l (P)	1,00	2,00	3,00	4,00	5,00	6,00	7,00	8,00	9,00	10,0

ISO 15681-1:2003

Préparer les solutions d'étalonnage immédiatement avant leur utilisation.

5.17 Étalons pour vérifier l'efficacité de l'hydrolyse et de la digestion**5.17.1 Solution mère de pyrophosphate de potassium, $\rho = 100$ mg/l (P).**

Dissoudre (533 ± 3) mg de pyrophosphate de potassium (5.8) dans environ 800 ml d'eau (5.1), puis compléter à 1 000 ml. Conserver dans un récipient en verre hermétique à (4 ± 2) °C.

La solution est stable pendant 6 mois.

5.17.2 Solution I de pyrophosphate de potassium, pour vérifier l'efficacité de l'hydrolyse, $\rho = 0,50$ mg/l (P), pour le domaine de travail II du phosphore total [0,10 mg/l à 1,00 mg/l (P)].

Diluer 0,5 ml de solution mère de pyrophosphate de potassium (5.17.1) et 100 μ l d'acide sulfurique (II) (5.2.2) à 100 ml avec de l'eau (5.1).

La solution est stable pendant 1 mois si elle est conservée à (4 ± 2) °C.

5.17.3 Solution II de pyrophosphate de potassium, pour vérifier l'efficacité de l'hydrolyse, $\rho = 5,00$ mg/l (P), pour le domaine de travail I du phosphore total [1,00 mg/l à 10,0 mg/l (P)].

Diluer 5 ml de solution mère de pyrophosphate de potassium (5.17.1) et 100 μ l d'acide sulfurique (II) (5.2.2) à 100 ml avec de l'eau (5.1).

La solution est stable pendant 1 mois si elle est conservée à (4 ± 2) °C.