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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ceec5489-05db-4d2b-8cad-84faf7fed430/iso-15681-2-2003>



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 15681-2:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ceec5489-05db-4d2b-8cad-84faf7fed430/iso-15681-2-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ceec5489-05db-4d2b-8cad-84faf7fed430/iso-15681-2-2003>

© 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	3
4.1 Dosage des orthophosphates	3
4.2 Phosphore total avec digestion manuelle	3
4.3 Phosphore total avec digestion UV intégrée et hydrolyse	3
5 Réactifs	3
6 Appareillage	7
6.1 Analyse en flux continu (CFA)	7
6.2 Appareillage supplémentaire	8
6.3 Appareillage supplémentaire pour le dosage du phosphore total après digestion intégrée	8
7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	8
8 Mode opératoire	9
8.1 Préparation pour l'analyse	9
8.2 Contrôles des performances de l'instrument	9
8.3 Contrôle du réactif à blanc	9
8.4 Étalonnage	9
8.5 Vérification de la digestion UV et de l'hydrolyse pour le dosage du phosphore total (voir la Figure A.2).....	10
8.6 Mesurage	10
8.7 Arrêt du dispositif	10
9 Calcul des résultats	11
10 Expression des résultats	11
11 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Exemples de dispositif CFA	12
Annexe B (informative) Fidélité et exactitude	14
Annexe C (informative) Dosage des orthophosphates-P et du phosphore total par CFA, avec réduction par le chlorure d'étain(II)	16
Bibliographie	17

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 15681-2 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 CFA.

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 15681-2:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ceec5489-05db-4d2b-8cad-84faf7fed430/iso-15681-2-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ceec5489-05db-4d2b-8cad-84faf7fed430/iso-15681-2-2003>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15681-2:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ceec5489-05db-4d2b-8cad-84faf7fed430/iso-15681-2-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ceec5489-05db-4d2b-8cad-84faf7fed430/iso-15681-2-2003>

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

Partie 2:

Méthode par analyse en flux continu (CFA)

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 en flux continu (CFA) pour le dosage des orthophosphates dans le domaine de concentrations en masse allant de 0,01 mg/l à 1,00 mg/l (P), et pour le dosage du phosphore total dans le domaine de concentrations en masse allant de 0,10 mg/l à 10,0 mg/l (P). La méthode comprend la digestion des composés organiques du phosphore et l'hydrolyse des composés de polyphosphate inorganique, elle est réalisée soit manuellement comme décrit dans l'ISO 6878 [5], [6], soit avec un dispositif de digestion UV intégrée et une unité d'hydrolyse.

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). Il est possible de modifier le domaine d'application en faisant varier les conditions opératoires.

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 échantillons contenant des solides ou des particules en suspension peuvent présenter des valeurs faibles lors de l'analyse selon la méthode UV, si les particules ne sont pas complètement transférées dans le dispositif UV. Cette erreur peut être réduite au minimum en agitant l'échantillon juste avant le prélèvement, pour s'assurer qu'un échantillon représentatif est fourni à l'analyseur, et en réduisant la taille des particules.

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

L'efficacité de la digestion UV 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 (5.21). Dans ce cas, il convient de diluer l'échantillon.

1) À publier.

4 Principe

4.1 Dosage des orthophosphates

L'échantillon est mélangé avec une solution d'agent de surface, puis avec une solution acide contenant des ions de molybdate et d'antimoine. Le complexe phospho-antimoine-molybdate obtenu est réduit par l'acide ascorbique en bleu de molybdène [4], [5].

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 ou avec un mode opératoire équivalent. Les orthophosphates obtenus sont déterminés par réaction au bleu de molybdène, comme indiqué en 4.1. Les échantillons peuvent être neutralisés manuellement conformément à l'ISO 6878 ou en tenant compte de la quantité d'acide utilisée dans le présent mode opératoire lors du calcul de l'acide à utiliser pour le réactif au molybdène.

4.3 Phosphore total avec digestion UV intégrée et hydrolyse

L'échantillon est mélangé avec du peroxydisulfate de potassium et passe dans un dispositif de digestion UV, puis subit une digestion acide pour hydrolyser les polyphosphates. L'orthophosphate obtenu se mesure par la réaction colorée décrite en 4.1.

5 Réactifs

Utiliser des produits chimiques de qualité analytique, sauf spécification contraire.

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), $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$, 98 % (fraction massique).

5.2.2 Acide sulfurique (II), $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,45 \text{ mol/l}$.

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, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

5.4 Tartrate de potassium et d'antimoine hémihydraté, $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$.

5.5 Acide ascorbique, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$.

5.6 Dodécylsulfate de sodium, $\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$.

5.7 Peroxydisulfate de potassium, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.

5.8 Dihydrogénophosphate de potassium, KH_2PO_4 , séché à $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante.

5.9 Pyrophosphate de potassium, $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$.

5.10 Composés organophosphorés pour contrôler la digestion UV.

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

5.10.2 Phénylphosphate disodique, $C_6H_5Na_2PO_4$.

5.11 Solutions d'agent de surface

5.11.1 Solution I d'agent de surface [(A) à la Figure A.1].

Dissoudre 1 g de dodécylsulfate de sodium (5.6) dans environ 800 ml d'eau (5.1) et compléter à 1 000 ml.

La solution est stable pendant 6 mois si elle est conservée à température ambiante.

5.11.2 Solution II d'agent de surface [(B) à la Figure A.1 et S1 à la Figure A.2].

Dissoudre 10 g de dodécylsulfate de sodium (5.6) dans environ 800 ml d'eau (5.1) et compléter à 1 000 ml.

La solution est stable pendant 6 mois si elle est conservée à température ambiante.

5.12 Solution de molybdate

Dissoudre 40 g d'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté (5.3) dans environ 800 ml d'eau (5.1) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

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

5.13 Solution de tartrate de potassium et d'antimoine

Dissoudre 2,5 g de tartrate de potassium et d'antimoine hémihydraté (5.4) dans environ 800 ml d'eau (5.1) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

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

5.14 Réactifs de molybdate et tartrate d'antimoine

5.14.1 Réactif I de molybdate et tartrate d'antimoine, pour le dosage des orthophosphates et du phosphore total après digestion manuelle (R1 à la Figure A.1)

Mélanger 500 ml d'acide sulfurique (II) (5.2.2), 150 ml de solution de molybdate (5.12) et 50 ml de solution de tartrate de potassium et d'antimoine (5.13).

La solution est stable pendant 2 semaines si elle est conservée à température ambiante.

5.14.2 Réactif II de molybdate et tartrate d'antimoine, pour le dosage du phosphore total après digestion UV intégrée (R3 à la Figure A.2).

Dissoudre 20 g d'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté (5.3) et 50 mg de tartrate de potassium et d'antimoine hémihydraté (5.4) dans environ 800 ml d'eau (5.1), ajouter 100 ml de solution II d'agent de surface (5.11.2) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

La solution est stable pendant 2 semaines si elle est conservée à température ambiante.

5.15 Solution d'acide ascorbique I (R2 à la Figure A.1).

Dissoudre 1 g d'acide ascorbique (5.5) dans environ 80 ml d'eau (5.1) et compléter à 100 ml avec de l'eau (5.1). Conserver à l'abri de la lumière. Préparer une nouvelle solution chaque jour avant utilisation.

5.16 Solution d'acide ascorbique II (R4 à la Figure A.2).

Dissoudre 3,5 g d'acide ascorbique (5.5) dans environ 80 ml d'eau (5.1), ajouter 0,1 g de dodécylsulfate de sodium (5.6) et compléter à 100 ml avec de l'eau (5.1). Conserver à l'abri de la lumière. Préparer une nouvelle solution chaque jour avant utilisation.

5.17 Réactifs de digestion pour le dosage du phosphore total après digestion UV intégrée.

5.17.1 Réactif I de digestion, domaine de travail allant de 0,10 mg/l à 1,00 mg/l [ligne (D) à la Figure A.2].

Dissoudre 10 g de peroxydisulfate de potassium (5.7) dans environ 600 ml d'eau (5.1). Tout en mélangeant, ajouter soigneusement 340 ml d'acide sulfurique (II) (5.2.2), laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

La solution est stable pendant 2 semaines si elle est conservée à température ambiante.

5.17.2 Réactif II de digestion, domaine de travail allant de 1,00 mg/l à 10,0 mg/l [ligne (C) à la Figure A.2].

Dissoudre 2,5 g de peroxydisulfate de potassium (5.7) dans environ 600 ml d'eau (5.1). Tout en mélangeant, ajouter soigneusement 85 ml d'acide sulfurique (II) (5.2.2), laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

La solution est stable pendant 2 semaines si elle est conservée à température ambiante.

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

Dissoudre (220 ± 1) mg de dihydrogénophosphate de potassium (5.8) dans de l'eau (5.1), puis compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1). Conserver dans une bouteille en verre hermétique.

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

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ceec5489-05db-4d2b-8cad->

Diluer 20 ml de solution mère I d'orthophosphate (5.18) à 200 ml avec de l'eau (5.1). Préparer une nouvelle solution chaque jour avant utilisation.

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

Diluer 2 ml de solution mère I d'orthophosphate (5.18) à 100 ml avec de l'eau (5.1). Préparer une nouvelle solution chaque jour avant utilisation.

5.21 Solutions d'étalonnage

Préparer au moins cinq solutions d'étalonnage, de concentrations uniformément réparties sur tout le domaine de travail, en diluant les solutions 5.18 à 5.20 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.