
**Qualité de l'eau — Dosage des sulfates —
Méthode par analyse en flux continu
(CFA)**

*Water quality — Determination of sulfates — Method by continuous flow
analysis (CFA)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22743:2006

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2e041b0-1b12-4d7c-8459-
3f490491c1ac/iso-22743-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2e041b0-1b12-4d7c-8459-3f490491c1ac/iso-22743-2006)



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 22743:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2e041b0-1b12-4d7c-8459-3f490491c1ac/iso-22743-2006>

© ISO 2006

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	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	4
7 Échantillonnage et prétraitement des échantillons	4
8 Mode opératoire	4
9 Calcul des résultats	6
10 Expression des résultats	7
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Exemple de dispositif CFA pour le dosage des sulfates	8
Annexe B (informative) Fidélité et exactitude	9
Bibliographie	10

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 22743 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

ISO 22743:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2e041b0-1b12-4d7c-8459-3f490491c1ac/iso-22743-2006>

Introduction

Les méthodes d'analyse en flux permettent l'automatisation des modes opératoires en chimie humide et conviennent tout particulièrement au traitement de grandes séries d'échantillons à une fréquence d'analyse élevée.

L'analyse peut être réalisée avec injection en flux (FIA) [1], [2] ou en flux continu (CFA) [3]. Ces deux méthodes ont en commun le dosage automatique de l'échantillon dans un dispositif en flux (à circulation) dans lequel les composants de l'échantillon réagissent avec les réactifs dans le circuit. La préparation de l'échantillon peut être intégrée dans le circuit analytique. La quantité de produit de réaction est mesurée dans un détecteur à circulation (par exemple photomètre équipé d'une cellule à circulation). Le détecteur produit un signal à partir duquel est calculée la concentration du paramètre étudié.

Il est nécessaire de considérer si, et dans quelle mesure, des problèmes particuliers peuvent nécessiter la spécification de conditions limites supplémentaires.

Dans la présente Norme internationale, seul le mode opératoire d'analyse en flux continu est décrit.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22743:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2e041b0-1b12-4d7c-8459-3f490491c1ac/iso-22743-2006>

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

ISO 22743:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2e041b0-1b12-4d7c-8459-3f490491c1ac/iso-22743-2006>

Qualité de l'eau — Dosage des sulfates — Méthode par analyse en flux continu (CFA)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par analyse en flux continu (CFA) permettant de déterminer la teneur en sulfates de différents types d'eaux (à savoir les eaux souterraines, l'eau potable et les eaux résiduelles).

Cette méthode est applicable aux échantillons ayant une concentration en masse de sulfates (SO_4) comprise entre 30 mg/l et 300 mg/l. D'autres domaines de concentration peuvent être applicables sous réserve qu'ils couvrent exactement une décade d'unités de concentration (par exemple de 100 mg/l à 1 000 mg/l).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2e041b0-1b12-4d7c-8459-3f490491c1ac/iso-22743-2006>

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

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*

ISO 8466-2, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré*

3 Interférences

Les ions calcium, magnésium, fer et aluminium interfèrent avec le dosage des sulfates (biais négatif). Un traitement sur une résine échangeuse de cations réduira les interférences.

Les sulfures, les sulfites, les phosphates et les acides taniques peuvent engendrer un biais positif, mais, dans les échantillons réels, ces substances ne se rencontrent généralement pas dans des concentrations pouvant provoquer des interférences mesurables.

4 Principe

L'ion sulfate réagit dans une solution acide avec du chlorure de baryum pour former du sulfate de baryum. L'excès de chlorure de baryum réagit avec le bleu de méthylthymol dans une solution alcaline pour former un complexe chélaté de baryum – bleu de méthylthymol. L'absorbance du bleu de méthylthymol libre non chélaté est mesurée à $460 \text{ nm} \pm 10 \text{ nm}$ dans le circuit au moyen d'un détecteur. Les autres métaux, comme le calcium, le magnésium, le fer et l'aluminium, sont éliminés au moyen d'une colonne échangeuse d'ions avant les réactions avec le baryum.

5 Réactifs

Utiliser des produits chimiques de qualité analytique, sauf spécification différente, et vérifier la valeur à blanc des réactifs.

5.1 Eau, de qualité 1 telle que définie dans l'ISO 3696.

5.2 Chlorure de baryum dihydraté, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

5.3 Acide chlorhydrique concentré, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$, $\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$.

5.4 Bleu de méthylthymol, $(\text{C}_{37}\text{H}_{40}\text{N}_2\text{O}_{13}\text{SNa}_4 \text{ ou } \text{C}_{37}\text{H}_{43}\text{N}_2\text{O}_{13}\text{SNa})$.

5.5 Tensioactif, polyoxyéthylène-23-lauryléther ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{23}\text{OH}$), solution à 30 % (fraction massique) dans l'eau.

5.6 Hydroxyde de sodium, (NaOH). (standards.iteh.ai)

5.7 Acide éthylènediaminotétracétique sel disodique, $\text{Na}_2\text{-EDTA}$, ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_8$).

5.8 Chlorure d'ammonium, (NH_4Cl). <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2e041b0-1b12-4d7c-8459-3f490491c1ac/iso-22743-2006>

5.9 Ammoniaque solution à 25 %, $c(\text{NH}_3, \text{H}_2\text{O}) = 14 \text{ mol/l}$, $\rho(\text{NH}_3, \text{H}_2\text{O}) = 0,91 \text{ g/ml}$.

5.10 Éthanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, fraction volumique de 96 %, $\rho = 0,79 \text{ g/ml}$, de qualité alimentaire (bon goût) ou de qualité pure.

5.11 Sulfate de sodium, (Na_2SO_4), séché pendant 2 h à 105°C .

5.12 Résine échangeuse de cations, DOWEX 50W-X8¹⁾, de granulométrie comprise entre 0,3 mm et 0,8 mm sous forme H^+ .

5.13 Solution de chlorure de baryum

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre $917 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ de chlorure de baryum dihydraté (5.2) dans environ 500 ml d'eau (5.1) et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

Lorsque la solution est conservée entre 2°C et 6°C , elle reste stable 1 mois.

1) DOWEX 50W-X8 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

5.14 Solution diluée d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer 82 ml d'acide chlorhydrique concentré (5.3) dans environ 800 ml d'eau (5.1) et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

5.15 Bleu de méthylthymol en solution

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre $160 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ de bleu de méthylthymol (5.4) dans 50 ml de la solution de chlorure de baryum (5.13). Ajouter 4 ml d'acide chlorhydrique concentré (5.3) et 360 ml d'éthanol (5.10). Compléter au volume avec de l'eau (5.1). Ajouter 1 ml de tensioactif (5.5).

Lorsque la solution est conservée entre 2°C et 6°C , elle reste stable 1 semaine.

5.16 Solution tamponnée de $\text{Na}_4\text{-EDTA}$, $\text{pH} = 10,5$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 6,75 g de chlorure d'ammonium (5.8) et 40,0 g de $\text{Na}_4\text{-EDTA}$ (5.7) dans environ 500 ml d'eau (5.1). Ajouter 57 ml d'ammoniaque (5.9) et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

5.17 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 10,0 g d'hydroxyde de sodium (5.6) dans environ 500 ml d'eau (5.1). Compléter au volume avec de l'eau (5.1).

5.18 Solution mère de sulfate, $\rho(\text{SO}_4) = 3\,000 \text{ mg/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre $(4\,436 \pm 1) \text{ mg}$ de sulfate de sodium (5.11) dans environ 500 ml d'eau (5.1). Compléter au volume avec de l'eau (5.1).

5.19 Solution de dopage au sulfate, $\rho(\text{SO}_4) = 6 \text{ mg/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer 2,00 ml de la solution mère de sulfate (5.18) dans environ 800 ml d'eau (5.1). Compléter au volume avec de l'eau (5.1). Ajouter 1 ml de tensioactif (5.5).

NOTE La solution de sulfate est ajoutée pour obtenir une meilleure linéarité dans la partie inférieure de la courbe d'étalonnage. Par rapport à la concentration en sulfate du blanc ou à la qualité du bleu de méthylthymol (5.4), il est possible de modifier légèrement la quantité de sulfate ajoutée. Sans ajout de sulfate, la partie inférieure de la courbe ne sera pas linéaire.

5.20 Solutions d'étalonnage

Préparer au moins cinq solutions d'étalonnage par dilution de la solution mère de sulfate (5.18).

Le Tableau 1 donne des exemples permettant de préparer 10 solutions d'étalonnage dans le domaine allant de 30 mg/l à 300 mg/l.

Tableau 1 — Exemple pour préparer 10 solutions d'étalonnage pour le domaine de concentration en sulfates (SO_4) de 30 mg/l à 300 mg/l

Volume, en ml, de solution mère de sulfate (5.18) dilué à 100 ml	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Concentration en sulfates (SO_4) de la solution d'étalonnage, en mg/l	30	60	90	120	150	180	210	240	270	300