
**Qualité de l'eau — Dosage des
substances lipophiles peu volatiles —
Méthode gravimétrique**

*Water quality — Determination of low-volatility lipophilic substances —
Gravimetric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11349:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-
d832ed80c7cc/iso-11349-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010)



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 11349:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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

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 11349 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11349:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11349:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010>

Qualité de l'eau — Dosage des substances lipophiles peu volatiles — Méthode gravimétrique

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 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 réalisés conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage des substances lipophiles peu volatiles dans l'eau par gravimétrie.

La méthode s'applique à tous types d'eau et permet de déterminer la teneur en substances lipophiles peu volatiles qui sont dispersées, émulsifiées ou dissoutes, en concentrations comprises entre 10 mg/l et 500 mg/l environ. Au-dessus de cette valeur, la prise d'essai est diluée de manière appropriée.

La méthode ne s'applique pas à l'eau présentant une phase huileuse surnageante.

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

substances lipophiles peu volatiles

somme des substances extractibles par des hydrocarbures non polaires, déterminée par gravimétrie après séchage à 80 °C

NOTE Les substances couvertes par cette définition sont apolaires ou faiblement polaires, avec un point d'ébullition supérieur à 250 °C et comprennent principalement des huiles animales, des huiles végétales, des matières grasses, de la graisse, des huiles minérales, des cires et des tensioactifs non ioniques.

4 Principe

Une prise d'essai d'eau est extraite à l'aide d'un agent d'extraction. Après évaporation de l'agent d'extraction, la masse des substances lipophiles peu volatiles est déterminée par gravimétrie.

5 Interférences

La formation d'émulsions stables provoquée par des substances tensioactives peut conduire à l'inclusion d'agents d'extraction dans l'émulsion et par conséquent à des pertes.

6 Réactifs

Tous les réactifs doivent être adaptés à l'objectif de la présente méthode et ne doivent pas influencer de manière significative sur l'essai à blanc (voir 9.1).

6.1 Eau, comme spécifié dans l'ISO 3696, de qualité 3, eau distillée ou déionisée.

6.2 Agent d'extraction. Hydrocarbure ou mélange technique d'hydrocarbures, dont le domaine d'ébullition s'échelonne entre 36 °C et 69 °C (par exemple éther de pétrole 40 °C à 60 °C, *n*-hexane).

6.3 Sulfate de sodium, Na₂SO₄, anhydre, de forte granulométrie.

6.4 Sulfate de magnésium heptahydraté, MgSO₄ · 7H₂O, de forte granulométrie.

6.5 Acide minéral, par exemple acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/l}$ ($\rho = 1,12 \text{ g/ml}$).

6.6 Huile végétale, en tant que substance de référence pour la détermination du taux de récupération.

NOTE L'huile d'olive s'est révélée la plus appropriée. L'huile de tournesol peut également convenir.

6.7 Acétone, C₃H₆O.

7 Appareillage

Nettoyer toute la verrerie conformément aux modes opératoires de nettoyage habituels et vérifier la propreté par un essai à blanc. Si nécessaire, rincer l'appareillage avec l'agent d'extraction (6.2).

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

7.1 Récipient d'échantillonnage, en verre, muni d'un bouchon en verre ou d'un bouchon à vis revêtu de polytétrafluoréthylène, par exemple de capacité 1 000 ml.

7.2 Dispositif d'homogénéisation, par exemple Ultraturrax¹⁾.

7.3 Récipient d'extraction, de capacité 1 000 ml.

7.4 Agitateur secoueur ou agitateur magnétique.

1) Ultraturrax[®] est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

7.5 Ampoule à décanter, par exemple de capacité 500 ml.

NOTE Pour la séparation des phases, tout autre dispositif approprié peut être utilisé, par exemple un micro-séparateur.

7.6 Fiole Erlenmeyer ou **ballon à fond rond**, de capacité 250 ml.

7.7 Entonnoir filtrant en verre, muni d'un filtre hydrophobe.

7.8 Éprouvettes graduées, en verre, de capacité 100 ml, 250 ml et 500 ml, ISO 4788^[1].

7.9 Évaporateur rotatif approprié, par exemple Rotavapor²⁾.

7.10 Étuve de séchage.

7.11 Dessiccateur, ayant un diamètre par exemple de 100 mm, 200 mm ou 300 mm.

7.12 Balance, pouvant être lue à au moins 0,1 mg.

8 Échantillonnage et conservation de l'échantillon

Remplir le récipient d'échantillonnage (7.1) jusqu'à un volume d'environ 80 % avec l'échantillon et le fermer hermétiquement. Si l'analyse n'est pas réalisée le jour même, ajouter de l'acide minéral (6.5) jusqu'à obtenir un pH \leq 2. Conserver à environ 4 °C et analyser dans les sept jours.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9 Mode opératoire

ISO 11349:2010

9.1 Essai à blanc <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010>

Effectuer des essais à blanc à intervalles réguliers, mettant en œuvre tous les réactifs et l'appareillage, en procédant de la manière décrite pour les échantillons, mais en remplaçant la prise d'essai par 500 ml d'eau (6.1). Le résultat de l'essai à blanc ne doit pas dépasser 3 mg/l.

9.2 Vérification du taux de récupération

Avant de procéder au dosage des substances lipophiles peu volatiles, vérifier la méthode en réalisant l'extraction d'une substance de référence comme suit.

Remplir le récipient d'extraction (7.3) avec 500 ml d'eau (6.1) et ajouter environ 100 mg d'huile végétale (6.6), pesés de façon précise et préalablement dilués dans environ 1 ml d'acétone (6.7), puis poursuivre le mode opératoire selon la présente méthode.

Le taux de récupération doit être compris entre 90 % et 105 %.

2) Rotavapor est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

9.3 Extraction

Acidifier l'échantillon d'eau avec l'acide minéral (6.5) jusqu'à obtention d'un $\text{pH} \leq 2$, si cette étape n'a pas déjà été réalisée conformément à l'Article 8.

Après homogénéisation vigoureuse (7.2), transférer une prise d'essai de volume, V , compris entre 100 ml et 500 ml dans un récipient d'extraction (7.3). Si nécessaire, diluer cette prise d'essai avec de l'eau (6.1) jusqu'à un volume final d'environ 500 ml.

Ajouter 50 ml d'agent d'extraction (6.2). Agiter plusieurs fois manuellement, équilibrer la pression en ouvrant avec précaution le récipient d'extraction sous une hotte. Boucher le récipient et agiter vigoureusement pendant 15 min ou agiter vigoureusement à l'aide de l'agitateur magnétique (7.4). S'assurer que le cône d'agitation atteint le fond du récipient.

Laisser reposer durant 20 min dans une ampoule à décanter (7.5) afin de séparer les phases, puis éliminer la phase aqueuse.

L'émulsion éventuellement formée peut être cassée en ajoutant par portion des quantités de sulfate de magnésium heptahydraté (6.4) et/ou de sulfate de sodium (6.3) allant jusqu'à un total de 20 g. Agiter après chaque addition et laisser la pression se relâcher. Attendre la séparation des phases et ajouter l'émulsion restante, le cas échéant, à la phase aqueuse.

Répéter l'étape d'extraction avec un volume supplémentaire de 50 ml d'agent d'extraction (6.2), puis combiner les phases organiques.

Le volume des phases organiques récupérées doit correspondre à au moins 75 % du volume des agents d'extraction ajoutés. Dans le cas contraire, répéter la détermination avec une prise d'essai de volume inférieur ou avec un volume supérieur d'agent d'extraction.

Sécher la phase organique avec 10 g de sulfate de sodium (6.3).

Filter l'extrait à l'aide d'un filtre hydrophobe (7.7) dans une fiole (7.6) dont la masse, m_1 , a été préalablement enregistrée. Rincer le récipient, le filtre et le sulfate de sodium deux à trois fois avec environ 10 ml d'agent d'extraction (6.2) et ajouter les rinçages à l'extrait.

9.4 Étape de concentration

Concentrer l'extrait jusqu'à environ 2 ml à l'aide de l'évaporateur rotatif (7.9).

Éliminer avec précaution l'agent d'extraction résiduel, soit sous courant d'azote sous une hotte aspirante, soit par un passage supplémentaire à l'évaporateur rotatif.

Poursuivre l'étape de séchage dans une étuve (7.10) pendant 15 min à $(80 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

Laisser refroidir la fiole et son contenu dans un dessiccateur (7.11) et peser. Enregistrer la masse, m_2 .

S'assurer de l'absence de traces de sulfate de sodium cristallisé dans la fiole.

Si la masse pesée est supérieure à 250 mg, répéter le mode opératoire d'analyse à partir de 9.3 avec une prise d'essai de plus petit volume, diluée de manière appropriée.

10 Calcul

Calculer la concentration en masse des substances lipophiles peu volatiles selon l'Équation (1):

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad (1)$$

où

ρ est la concentration en masse, en milligrammes par litre, des substances lipophiles peu volatiles;

m_2 est la masse, en milligrammes, de la fiole avec son contenu (9.4);

m_1 est la masse, en milligrammes, de la fiole vide (9.3);

V est le volume, en litres, de la prise d'essai (9.3).

11 Expression des résultats

Consigner la concentration en masse des substances lipophiles peu volatiles, en milligrammes par litre, avec deux chiffres significatifs.

EXEMPLE Substances lipophiles peu volatiles: 15 mg/l.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) la méthode d'essai utilisée et une référence à la présente Norme internationale (ISO 11349:2010);
- b) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- c) les détails relatifs à l'échantillonnage, au transport de l'échantillon et à la préparation de l'échantillon;
- d) les détails relatifs au prétraitement de l'échantillon, le cas échéant;
- e) le résultat d'essai, conformément à l'Article 11;
- f) tous détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale ou considérés comme facultatifs, ainsi que des informations détaillées sur tout incident ayant pu influencer sur le ou les résultats.