NORME INTERNATIONALE

ISO
3696

Première édition
1987-04-15

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai

Water for analytical laboratory use — Specification and test methods

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3696:1987
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0d6620f-2757-4c18-9619-af193a073e7d/iso-3696-1987

Numéro de référence
ISO 3696 : 1987 (F)

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 normalement 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 3696 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

ISO 3696:1987
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0166206b-2757-4c18-9619-
0f3c4f6c7e0a/iso-3696-1987

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

© **Organisation internationale de normalisation, 1987** ●

Imprimé en Suisse

Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3696:1987
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d6620f-2737-4618-90f5-af195a075e7d/iso-3696-1987

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les caractéristiques et les méthodes d'essai correspondantes concernant trois qualités d'eau à usage de laboratoire pour l'analyse des produits de chimie inorganique.

La présente Norme internationale n'est pas applicable à l'eau pour l'analyse de traces organiques, pour l'analyse des agents de surface, pour l'analyse biologique ou pour les analyses médicales.

NOTE — Dans certains cas (par exemple certaines méthodes analytiques ou essais pour lesquels il est requis de l'eau stérile ou exempte de pyrogènes, ou de tension superficielle définie), des essais spécifiques complémentaires et une purification supplémentaire peuvent être nécessaires.

2 Description

Le produit observé à l'œil nu doit être un liquide limpide et incolore.

3 Classification

La présente Norme internationale considère les trois qualités d'eau suivantes :

Qualité 1

Eau essentiellement exempte d'ions dissous ou à l'état colloïdal et de matières organiques. Elle est utilisable pour les analyses qui exigent les caractéristiques les plus sévères, y compris celles liées à la chromatographie en phase liquide à haute performance. Elle devrait être préparée par un traitement ultérieur de l'eau de qualité 2 (par exemple osmose inverse ou déionisation suivie de filtration au travers d'une membrane dont le diamètre des pores est de 0,2 µm afin d'éliminer toute particule, ou par redistillation en utilisant un appareil en quartz).

Qualité 2

Eau ayant une teneur très faible en matières inorganiques, organiques ou colloïdales. Elle est utilisable pour les analyses sensibles telles que la spectrométrie d'absorption atomique (SAA) ainsi que pour la détermination d'éléments au niveau de traces. Elle devrait être préparée, par exemple, par distillation multiple, par déionisation ou par osmose inverse suivie de distillation.

Qualité 3

Eau utilisable pour la plupart des travaux de chimie dans les laboratoires et pour la préparation des solutions de réactifs. Elle devrait être préparée, par exemple, par une seule distillation, par déionisation ou par osmose inverse. Sauf indications contraires, elle devrait être utilisée pour le travail analytique courant.

NOTE — On suppose que l'eau de départ est de l'eau potable et suffisamment pure. Si elle est fortement contaminée par une cause quelconque, un traitement préalable peut être nécessaire.

4 Caractéristiques requises

Les diverses qualités d'eau doivent satisfaire aux caractéristiques indiquées dans le tableau. Les méthodes d'essai pour vérifier les caractéristiques indiquées sont spécifiées dans le chapitre 7.

Tableau — Caractéristiques requises

Paramètre	Qualité 1	Qualité 2	Qualité 3	Méthode d'essai
Intervalle de pH à 25 °C unités de pH	Non applicable (voir note 1)	Non applicable (voir note 1)	5,0 à 7,5	Paragraphe 7.1
Conductivité mS/m à 25 °C, max.	0,01 (voir note 2)	0,1 (voir note 2)	0,5	Paragraphe 7.2
Matières oxydables Teneur en oxygène (O) mg/l, max	Non applicable (voir note 3)	0,08	0,4	Paragraphe 7.3
Absorbance à 254 nm avec une cuve de 1 cm d'épaisseur unités d'absorbance, max.	0,001	0,01	Non spécifiée	Paragraphe 7.4
Résidu après évaporation et chauffage à 110 °C mg/kg, max.	Non applicable (voir note 3)	1	2	Paragraphe 7.5
Teneur en silice (SiO_2) mg/l, max.	0,01	0,02	Non spécifiée	Paragraphe 7.6

NOTES

1 À cause des difficultés associées au mesurage du pH de l'eau de haute pureté et de la signification douteuse des valeurs obtenues, les limites de pH pour les eaux de qualité 1 et de qualité 2 n'ont pas été spécifiées.

2 Les valeurs de la conductivité pour les eaux de qualité 1 et de qualité 2 s'appliquent à l'eau fraîchement préparée; pendant sa conservation, la conductivité de l'eau peut varier à cause de la contamination due au dioxyde de carbone de l'atmosphère ou à l'alcalinité provenant des récipients en verre.

3 Les limites de quantité de matières oxydables et du résidu après évaporation appropriées à l'eau de qualité 1 n'ont pas été indiquées à cause des difficultés de contrôle à ce niveau de pureté. Les qualités se référant à cette eau sont données par sa conformité aux autres caractéristiques et assurées par sa méthode de préparation.

5 Échantillonnage

Conformément aux spécifications indiquées dans la présente Norme internationale, un échantillon représentatif, non inférieur à 2 litres, doit être prélevé.

NOTE — Cet échantillon n'est pas utilisé pour la détermination de la conductivité des eaux de qualité 1 et de qualité 2 (voir 7.2.2.1).

L'échantillon doit être placé dans un récipient propre et étanche utilisé uniquement pour la conservation des échantillons d'eau. L'échantillon prélevé doit être de quantité capable de remplir entièrement le récipient. Des précautions doivent être prises pour éviter tout risque de contamination du contenu.

Des récipients «vieillis» (c'est-à-dire des récipients immergés durant au moins 2 h dans une solution d'acide chlorhydrique, $c(HCl) \approx 1$ mol/l, à l'ébullition, puis par deux fois durant 1 h dans de l'eau distillée à l'ébullition) en verre borosilicaté aussi bien que des récipients en matière plastique inerte (par exemple en polyéthylène ou en polypropylène) peuvent être utilisés, mais il faut s'assurer qu'au cours de sa conservation dans les récipients, l'eau n'a pas été contaminée, en particulier en ce qui concerne les matières oxydables et l'absorbance.

6 Conservation

La contamination de l'eau pendant sa conservation peut être due principalement à la dissolution des constituants solubles du verre ou de la matière plastique du récipient, ou encore à l'absorption du dioxyde de carbone atmosphérique ou d'autres impuretés présentes dans l'atmosphère du laboratoire.

Pour cette raison, la conservation des eaux de qualité 1 et de qualité 2 n'est pas conseillée. Préparer ces qualités d'eau, selon les besoins, pour l'utilisation immédiate.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3696:1987
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0d66201-7757-4e18-9619-a1f3a073e7d/iso-3696-1987

Néanmoins, de l'eau de qualité 2 peut être préparée en quantité raisonnable et conservée dans des récipients en matière inerte, propres, étanches et entièrement remplis, préalablement soigneusement rincés avec de l'eau de la même qualité.

La conservation de l'eau de qualité 3 présente peu de problèmes, mais les conditions de conservation et les récipients doivent être semblables à ceux indiqués pour l'eau de qualité 2.

Il est recommandé que les récipients soient réservés exclusivement à la conservation de l'eau d'une même qualité.

7 Méthodes d'essai

Il est essentiel que les déterminations spécifiées dans ce chapitre soient effectuées dans une atmosphère pure et exempte de poussière et que des précautions appropriées soient prises pour éviter toute contamination de l'échantillon et des prises d'essai.

7.1 Mesurage du pH

7.1.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

pH-mètre, muni d'une électrode de mesurage en verre et d'une électrode de référence Ag/AgCl.

7.1.2 Mode opératoire

Étalonner le pH-mètre (7.1.1) conformément aux instructions fournies par le constructeur, en utilisant des solutions tampons ayant un intervalle de pH compris entre 4,0 et 8,0.

Transférer une certaine quantité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient approprié et ajuster la température de l'eau à 25 ± 1 °C. Introduire les électrodes et mesurer le pH.

7.2 Mesurage de la conductivité

7.2.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.2.1.1 Fiole conique, munie d'un tube de garde garni de chaux sodée en granulés avec indicateur incorporé.

7.2.1.2 Conductimètre avec cellule à circulation, se composant d'une cellule «en ligne» et d'une compensation automatique de température, pour le mesurage des eaux de qualité 1 et de qualité 2.

NOTE — Si l'appareil n'a pas de compensation de température, il doit être muni d'un échangeur de chaleur capable d'ajuster la température de l'eau en essai à 25 ± 1 °C.

7.2.1.3 Conductimètre, pour le mesurage de l'eau de qualité 3.

7.2.2 Mode opératoire

7.2.2.1 Eaux de qualité 1 et de qualité 2

Mesurer la conductivité à 25 ± 1 °C en utilisant le conductimètre (7.2.1.2) avec température compensée.

7.2.2.2 Eau de qualité 3

Transférer 400 ml de l'échantillon dans la fiole conique (7.2.1.1), insérer le tube de garde et ajuster la température de l'eau à 25 ± 1 °C. Mesurer la conductivité en utilisant le conductimètre (7.2.1.3) conformément aux instructions fournies par le constructeur.

7.3 Essai limite pour les matières oxydables

NOTE — Les limites sont équivalentes aux matières oxydables, exprimées en milligrammes d'oxygène (O) par litre : 0,08 et 0,4 respectivement pour l'eau de qualité 2 et pour l'eau de qualité 3.

7.3.1 Réactifs

Utiliser de l'eau de qualité 2 pour la préparation des solutions de réactifs suivantes.

7.3.1.1 Acide sulfurique, solution à 1 mol/l environ.

7.3.1.2 Permanganate de potassium, solution titrée, $c(1/5\ KMnO_4) = 0{,}01$ mol/l.

7.3.2 Mode opératoire

7.3.2.1 Prise d'essai

Prélever 1 000 ml d'eau de qualité 2 ou 200 ml d'eau de qualité 3.

7.3.2.2 Essai

Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (7.3.1.1) et 1,0 ml de la solution titrée de permanganate de potassium (7.3.1.2) à la prise d'essai (7.3.2.1), porter à l'ébullition et laisser bouillir durant 5 min. Vérifier que la coloration du mélange en essai n'a pas complètement disparu.

7.4 Mesurage de l'absorbance

7.4.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.4.1.1 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue, ou

7.4.1.2 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation discontinue, muni de filtres assurant un maximum de transmission dans le voisinage de 254 nm.

7.4.1.3 Cuves optiques identiques, en silice, de 1 cm et 2 cm d'épaisseurs.

NOTE — Si le spectromètre disponible n'est pas assez sensible, une augmentation de la sensibilité peut être obtenue en utilisant des cuves optiques de plus grande épaisseur.

7.4.2 Mode opératoire

Remplir la cuve optique de 2 cm (7.4.1.3) avec de l'échantillon. Mesurer l'absorbance à l'aide du spectromètre (7.4.1.1) réglé à une longueur d'onde aux environs de 254 nm, ou à l'aide du spectromètre (7.4.1.2) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la même eau contenue dans la cuve de 1 cm d'épaisseur.

7.5 Détermination du résidu après évaporation et chauffage à 110 °C

7.5.1 Appareillage courant de laboratoire, et

7.5.1.1 Évaporateur rotatif, avec un ballon de capacité 250 ml environ.

7.5.1.2 Bain d'eau bouillante.

7.5.1.3 Capsule, en platine, en silice ou en verre borosilicaté, de capacité 100 ml environ.

7.5.1.4 Étuve, réglable à 110 ± 2 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3696:1987
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0d6620f-2757-4c18-9619-af193a073e7d/iso-3696-1987

7.5.2 Mode opératoire

7.5.2.1 Prise d'essai

Transvaser 1 000 ml de l'échantillon pour laboratoire dans une éprouvette graduée bouchée.

7.5.2.2 Détermination

Introduire 100 ml de la prise d'essai (7.5.2.1) dans l'évaporateur rotatif propre et sec (7.5.1.1) et distiller sur le bain d'eau bouillante (7.5.1.2) sous une pression réduite. Une fois l'eau évaporée, ajouter successivement des fractions de la prise d'essai jusqu'à ce que la totalité de la prise d'essai soit réduite à 50 ml environ par évaporation.

Transvaser quantitativement le résidu de 50 ml dans la capsule (7.5.1.3), préalablement chauffée durant 2 h dans l'étuve (7.5.1.4) réglée à 110 ± 2 °C, refroidie dans un dessiccateur et pesée à 0,000 1 g près. Utiliser deux portions de 5 ml environ de l'échantillon pour effectuer le transvasement.

En utilisant le bain d'eau bouillante, évaporer le résidu jusqu'à siccité. Retirer la capsule et son contenu du bain d'eau bouillante et les placer dans l'étuve réglée à 110 ± 2 °C et maintenir durant 2 h environ. Retirer la capsule de l'étuve, la laisser refroidir à la température ambiante dans un dessiccateur et la peser à 0,000 1 g près. Répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées consécutives ne dépasse pas 0,000 2 g.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3696:1987
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0cb6201-2757-4c18-9b19-
af193a073e7d/iso-3696-1987

7.5.3 Expression des résultats

Le résidu après évaporation et chauffage à 110 °C, exprimé en milligrammes par kilogramme, est numériquement égal à la masse, en milligrammes, de résidu séché à masse constante.

7.6 Essai limite pour la silice

NOTE — Les limites sont équivalentes à la teneur en silice (SiO_2), exprimée en milligrammes par litre : 0,01 et 0,02 respectivement pour l'eau de qualité 1 et pour l'eau de qualité 2.

7.6.1 Réactifs

7.6.1.1 Silice, solution étalon I (concentrée).

Peser, à 0,000 1 g près, 1 g de sable de silice pur (> 99,9 % de SiO_2) finement broyé, préalablement séché à 110 °C dans la capsule en platine (7.6.2.1). Ajouter 4,5 g de carbonate de sodium (Na_2CO_3 anhydre) et mélanger soigneusement avec une baguette en verre à extrémité arrondie et sèche. Porter le mélange vers le centre de la capsule et faire en sorte qu'il couvre une surface de diamètre 30 mm environ. Couvrir le mélange avec encore 0,5 g de carbonate de sodium et enfin recueillir dans la capsule toute particule adhérant à la baguette en verre.

Couvrir la capsule avec son couvercle en platine et la placer dans le four à moufle (7.6.2.3) réglé entre 300 et 400 °C. Chauffer le mélange graduellement en augmentant la température durant 10 min ou jusqu'à fusion complète. Retirer la capsule du four et l'agiter doucement de manière à incorporer toutes les particules. Laisser refroidir, laver à l'eau chaude la partie interne du couvercle en recueillant les eaux de lavage dans la capsule même, puis dissoudre la masse fondue dans de l'eau chaude. Laisser refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en matière plastique.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de SiO_2.

7.6.1.2 Silice, solution étalon II (diluée).

Transférer une partie aliquote de 5,0 ml de la solution étalon de silice (7.6.1.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,005 mg de SiO_2.

Préparer cette solution immédiatement avant l'emploi.

7.6.1.3 Molybdate d'ammonium, solution à 50 g/l.

Dissoudre sans chauffer 5 g de molybdate d'ammonium en poudre dans un mélange de 80 ml d'eau et de 20 ml de la solution d'acide sulfurique (7.6.1.5). Conserver dans un flacon en matière plastique.

7.6.1.4 Méthylamino-4 phénol sulfate, solution d'indicateur.

Dissoudre sans chauffer dans 100 ml d'eau 0,2 g de sulfate de méthylamino-4 phénol et 20 g de disulfite de potassium. Conserver dans un flacon en matière plastique.

Rejeter la solution après 4 semaines, ou s'il apparaît les premiers signes de décomposition.

7.6.1.5 Acide sulfurique, solution, $c(H_2SO_4) \approx 2{,}5$ mol/l.

Ajouter avec précaution, sans agitation, 135 ml d'acide sulfurique, $\varrho \approx 1{,}84$ g/ml, dans une quantité suffisante d'eau pour obtenir 1 000 ml de solution. Conserver dans un flacon en matière plastique.

7.6.1.6 Acide oxalique, solution à 50 g/l.

7.6.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.6.2.1 Capsule, en platine, de capacité 250 ml environ.

7.6.2.2 Tubes de Nessler appariés, de capacité 50 ml.

7.6.2.3 Four à moufle, réglable entre 300 et 400 °C.

7.6.2.4 Bain d'eau, réglable à 60 °C environ.

7.6.3 Mode opératoire

7.6.3.1 Prise d'essai

Prélever 520 ml d'eau de qualité 1 ou 270 ml d'eau de qualité 2.

7.6.3.2 Essai

Évaporer la prise d'essai (7.6.3.1) dans la capsule en platine (7.6.2.1) en l'ajoutant par portions successives jusqu'à l'obtention d'un volume final de 20 ml environ. Ajouter 1 ml de la solution de molybdate d'ammonium (7.6.1.3). Après 5 min exactement, ajouter 1 ml de la solution d'acide oxalique (7.6.1.6) et homogénéiser. Après 1 min, ajouter 1 ml de la solution de sulfate de méthylamino-4 phénol (7.6.1.4) et chauffer durant 10 min sur le bain d'eau (7.6.2.4) réglé à 60 °C environ. Transvaser la solution dans l'un des tubes de Nessler (7.6.2.2).

Préparer une solution colorée étalon en suivant le même mode opératoire, mais en utilisant un mélange de 19,0 ml de l'échantillon et 1,0 ml de la solution étalon de silice (7.6.1.2) au lieu des 20 ml résultant de l'évaporation de la prise d'essai (7.6.3.1). Transvaser la solution dans un autre tube de Nessler (7.6.2.2).

En observant verticalement vers le bas, vérifier que l'intensité de toute coloration bleue produite dans la solution d'essai n'est pas supérieure à celle de la solution colorée étalon.

8 Procès-verbaux d'essais

Chaque procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) identification de l'échantillon;

b) référence de la méthode utilisée;

c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3696:1987
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0d6620f-2757-4c18-9619-af193a073e7d/iso-3696-1987

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3696:1987
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0d6620f-2757-4c18-9619-af193a073e7d/iso-3696-1987

CDU 546.212 : 542/543

Descripteurs : chimie minérale, analyse chimique, réactif chimique, eau, classification, spécification, essai, entreposage.

Prix basé sur 5 pages