
**Qualité de l'eau — Détermination de l'indice
phénol par analyse en flux (FIA et CFA)**

*Water quality — Determination of phenol index by flow analysis
(FIA and CFA)*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Sommaire	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Détermination de l'indice phénol (sans distillation) après extraction	1
3.1 Principe	1
3.2 Interférences	2
3.3 Réactifs	2
3.4 Appareillage	4
3.5 Échantillonnage	7
3.6 Mode opératoire	7
3.7 Calcul des résultats	8
4 Détermination de l'indice phénol (sans extraction) après distillation	9
4.1 Principe	9
4.2 Interférences	9
4.3 Réactifs	10
4.4 Appareillage	10
4.5 Échantillonnage	12
4.6 Mode opératoire	12
4.7 Calcul des résultats	14
5 Expression des résultats	15
6 Fidélité et exactitude	15
7 Rapport d'essai	15
Annexe A (informative) Données statistiques	16
Bibliographie	18

© ISO 1999

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé 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 3.

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.

La Norme internationale ISO 14402 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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.

Il faut faire une distinction entre l'analyse avec injection de flux (FIA) [1, 2] et l'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 les composants de l'échantillon réagissent avec les réactifs pendant l'écoulement. La préparation de l'échantillon peut être intégrée dans le manifold. Le produit de réaction est mesuré dans un détecteur à flux.

Le paramètre indice phénol est une convention analytique. Il représente un groupe de composés aromatiques formant dans les conditions de réaction spécifiques des produits de condensation colorés. Le résultat de l'analyse est exprimé en termes de concentration de phénol.

La présente Norme internationale contient deux méthodes: la détermination de l'indice phénol (sans distillation) après extraction, et la détermination de l'indice phénol (sans extraction) après distillation.

Il convient d'étudier si et dans quelle mesure des problèmes particuliers nécessiteront la spécification de conditions particulières.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Qualité de l'eau — Détermination de l'indice phénol par analyse en flux (FIA et CFA)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination de l'indice phénol dans des eaux d'origines différentes (par exemple eaux souterraines, eaux de surface, eaux d'infiltration et eaux résiduelles) en concentrations en masse comprises entre 0,01 mg/l et 1 mg/l (dans l'échantillon non dilué). Dans des cas particuliers, la gamme d'application peut être adaptée en faisant varier les conditions de fonctionnement. L'article 3 décrit la détermination de l'indice phénol (sans distillation) après extraction, et l'article 4 décrit la détermination de l'indice phénol (sans extraction) après distillation.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

ISO 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons*.

ISO 6439:1990, *Qualité de l'eau — Détermination de l'indice phénol — Méthode spectrométrique à l' amino-4 antipyrine après distillation*.

3 Détermination de l'indice phénol (sans distillation) après extraction

3.1 Principe

L'échantillon est amené dans un flux vecteur en continu et mélangé aux solutions d' amino-4 antipyrine et de peroxydisulfate de potassium s'écoulant également en continu. Les composés phénoliques de l'échantillon sont oxydés par le peroxydisulfate de potassium, les quinones qui en résultent réagissant avec l' amino-4 antipyrine en formant des produits de condensation colorés. Ces derniers sont extraits de la phase aqueuse par le chloroforme dans une unité d'extraction en flux. La phase chloroforme est séparée à l'aide d'un séparateur de phases approprié (par exemple une membrane hydrophobe semi-perméable), l'absorbance de la phase organique étant mesurée par spectrométrie dans un spectromètre de flux entre 470 nm et 475 nm. Les références [6, 7, 8, 9] donnent de plus amples informations sur cette technique d'analyse.

Il est essentiel que les essais conduits selon la présente Norme internationale soient effectués par un personnel convenablement qualifié.

3.2 Interférences

3.2.1 Interférences chimiques

Dans les conditions habituelles de réaction, les amines aromatiques formeront également des produits de condensation avec l'amino-4 antipyrine, ce qui provoque des biais positifs.

Il peut y avoir des interférences lorsque l'échantillon n'atteint pas un pH compris entre 10,0 et 10,5 une fois les réactifs ajoutés. Cela peut notamment se produire si les échantillons sont très acides, très alcalins et tamponnés. En pareil cas, l'échantillon doit faire l'objet d'un ajustement du pH entre 5 et 7 avant l'ajout des réactifs.

Pour d'autres informations sur les interférences, voir la référence [5].

3.2.2 Interférences physiques dues à la CFA et à la FIA

Si les échantillons contiennent des matières particulaires, se reporter à 3.5 (dernier alinéa). Les échantillons troubles n'interfèrent pas avec la détermination. Dans le cas d'échantillons colorés, il convient de vérifier si la couleur peut être extraite au chloroforme et de déterminer la valeur à blanc de l'échantillon sans addition de réactifs R1 et R2. La différence de réponse entre les deux mesurages doit être prise en compte avec l'évaluation (selon 3.7).

L'essai interlaboratoire (voir l'article 6 et l'annexe A) a montré que des détergents présents dans les eaux résiduaires peuvent influencer fortement sur la détermination, car la mousse produite dans le dispositif en flux peut gêner d'une part la distillation à la vapeur des phénols volatils (indice phénol après distillation, voir l'article 4) et d'autre part le mode opératoire de segmentation et de séparation de phases (indice phénol après extraction, voir l'article 3). Il est en général facile de déceler ces interférences.

Dans le cas de concentrations importantes de détergents, la présente Norme internationale n'est applicable qu'aux seules concentrations en masse de phénol supérieures à 0,1 mg/l.

3.3 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. La valeur à blanc des réactifs doit être régulièrement vérifiée (voir 3.6.3). Les solutions utilisées pour le dispositif en flux doivent être dégazées. Sauf indication contraire, il est recommandé de dégazer les solutions sous une pression réduite, car cette méthode permet simultanément de les purifier.

ATTENTION — Le phénol est toxique et peut facilement être absorbé à travers la peau. Le chloroforme est toxique et cancérigène. Il convient d'éliminer convenablement les rejets contenant ces substances.

3.3.1 Eau, de qualité 1, conformément à l'ISO 3696.

3.3.2 Hydroxyde de potassium, KOH.

3.3.3 Monohydrogencarbonate de sodium, NaHCO₃.

3.3.4 Amino-4 antipyrine (4-amino-2,3-diméthyl-1-phényl-3-pyrazoline-5-one), C₁₁H₁₃N₃O.

3.3.5 Peroxodisulfate de potassium, K₂S₂O₈.

3.3.6 Phénol, C₆H₅OH.

3.3.7 Acide borique, H₃BO₃.

3.3.8 Éthanol, C₂H₅OH, 96 % (fraction massique).

3.3.9 2-Propanol, C₃H₇OH, 100 % (fraction massique).

3.3.10 Acide sulfurique, ρ(H₂SO₄) = 1,84 g/ml.

3.3.11 Acide chlorhydrique, HCl, 50 % (fraction massique).

3.3.12 Solution d'hydroxyde de potassium, $c(\text{KOH}) = 1,0 \text{ mol/l}$.

3.3.13 Solution tampon

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, remplie d'environ 500 ml d'eau (3.3.1), dissoudre 23 g de monohydrogénocarbonate de sodium (3.3.3), 27 g d'acide borique (3.3.7) et 35 g d'hydroxyde de potassium (3.3.2) et compléter au volume avec de l'eau.

Le pH de la solution tampon est approximativement de 10,3. La solution reste stable pendant 1 mois.

3.3.14 Solution vecteur (symbole «C» à la Figure 1)

Utiliser de l'eau (3.3.1) dégazée sous pression réduite.

3.3.15 Solution d'amino-4 antipyrine I (symbole «R1» aux Figures 1 et 2)

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 0,5 g d'amino-4 antipyrine (3.3.4) dans environ 50 ml de solution tampon (3.3.13) et compléter au volume avec la même solution tampon.

Dégazer la solution (par exemple par filtration sur membrane).

Utiliser une solution préparée extemporanément.

3.3.16 Solution de peroxydisulfate de potassium (symbole «R2» aux Figures 1 et 2)

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 5 g de peroxydisulfate de potassium (3.3.5) dans environ 90 ml d'eau (3.3.1), ajuster au pH 11 avec la solution d'hydroxyde de potassium (3.3.12) et compléter au volume avec de l'eau.

Dégazer la solution (par exemple par filtration sur membrane).

Utiliser une solution préparée extemporanément.

3.3.17 Chloroforme, CHCl_3 (symbole «Org» aux Figures 1 et 2)

Dégazer la solution de chloroforme par filtration sur membrane ou pendant 3 min dans un bain à ultrasons.

3.3.18 Solution mère de phénol, $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 1,000 g de phénol (3.3.6) dans de l'eau (3.3.1) et compléter au volume avec de l'eau. Utiliser uniquement des cristaux de phénol incolores.

La solution refroidie (2 °C à 5 °C) reste stable pendant 1 mois.

3.3.19 Solution étalon de phénol I, $\rho = 10 \text{ mg/l}$

Introduire, à l'aide d'une pipette, 1 ml de solution mère (3.3.18) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau (3.3.1).

La solution refroidie (2 °C à 5 °C) reste stable pendant 1 semaine.

3.3.20 Solution étalon de phénol II, $\rho = 1 \text{ mg/l}$

Introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de solution étalon I (3.3.19) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau (3.3.1).

La solution refroidie (2 °C à 5 °C) reste stable pendant 1 semaine.