NORME INTERNATIONALE

ISO 15681-2

Deuxième édition
2018-10

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)

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

Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA)

Numéro de référence
ISO 15681-2:2018(F)

© ISO 2018



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Termes et définitions **2**
4 Interférences **2**
4.1 Interférences générales 2
4.2 Interférences sur le dosage du phosphore total 2
5 Principe **3**
5.1 Dosage des orthophosphates 3
5.2 Phosphore total avec digestion manuelle 3
5.3 Phosphore total avec digestion UV intégrée et hydrolyse 3
6 Réactifs **3**
7 Appareillage **8**
8 Échantillonnage et préparation de l'échantillon **9**
9 Mode opératoire **10**
9.1 Préparation pour l'analyse 10
9.2 Contrôles des performances de l'instrument 10
9.3 Contrôle du réactif à blanc 10
9.4 Étalonnage 10
9.5 Vérification de la digestion UV et de l'hydrolyse pour le dosage du phosphore total (Figures A.2 et A.3) 11
9.6 Mesurage 11
9.7 Arrêt du dispositif 11
10 Calcul des résultats **11**
11 Expression des résultats **12**
12 Rapport d'essai **12**
Annexe A (informative) **Exemples de dispositif CFA** **13**
Annexe B (informative) **Données de performance** **16**
Annexe C (informative) **Dosage des orthophosphates-P et du phosphore total par CFA, avec réduction par le chlorure d'étain(II)** **18**
Bibliographie **19**

© ISO 2018 – Tous droits réservés

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 15681-2:2003), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

a) les réactifs ont été ajustés afin de diminuer le pH et augmenter la réaction colorée;

b) les figures de l'Annexe A ont été révisées.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 15681 se trouve sur le site Web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

 © ISO 2018 – Tous droits réservés

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)[6][8] ou par analyse en flux continu (CFA)[9]. 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 en flux). Le présent document traite de la méthode par CFA.

Il convient que l'utilisateur soit averti que des problèmes particuliers peuvent nécessiter la spécification de conditions marginales supplémentaires.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

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 le présent document connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

Le présent document 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, soit manuellement comme décrit dans l'ISO 6878 et dans les Références [4], [5] et [7], soit avec un dispositif de digestion intégrée à rayonnement ultraviolet (UV) et une unité d'hydrolyse.

Le présent document est applicable à différents types d'eau, tels que eau souterraine, eau de consommation, 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.

Elle est également applicable à l'analyse à l'aide de cuvettes de 10 mm à 50 mm selon le domaine souhaité. Pour une sensibilité extrême, il est également possible d'utiliser de longues cellules à flux capillaire (LCFC) de 250 mm et 500 mm. Toutefois, la méthode n'est pas validée pour ces deux usages. Il peut être nécessaire de modifier la sensibilité et les solutions d'étalonnage.

L'Annexe A donne des exemples de dispositif CFA. L'Annexe B donne des données de performance issues d'essais interlaboratoires. L'Annexe C fournit des informations sur le dosage des orthophosphates-P et du phosphore total par CFA, avec réduction par le chlorure d'étain(II).

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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: Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage*

© ISO 2018 – Tous droits réservés

ISO 5667-3:2018, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 6878:2004, *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*

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 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse https://www.iso.org/obp

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse https://www.electropedia.org/

4 Interférences

4.1 Interférences générales

Se reporter à l'ISO 6878:2004, Annexe A pour une liste des interférences générales. En outre, ou contrairement à la norme citée, les points suivants 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 (9.6), 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 (Article 10).

4.2 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 ou pendant le prélèvement, pour s'assurer qu'un échantillon représentatif est fourni à l'analyseur, et en réduisant la taille des particules.

© ISO 2018 – Tous droits réservés