



16900-94

# Titrimètre Digital

Modèle 16900

**MODE D'EMPLOI**

# Marques de Hach Company

---

AccuGrow®  
AccuVac®  
AccuVer™  
AccuVial™  
Add-A-Test™  
AgriTrak™  
AluVer®  
AmVer™  
APA 6000™  
AquaChek™  
AquaTrend®  
BariVer®  
BODTrak™  
BoroTrace™  
BoroVer®  
C. Moore Green™  
CA 610™  
CalVer®  
ChromaVer®  
ColorQuik®  
CoolTrak®  
CuVer®  
CyaniVer®  
Digesdahl®  
DithiVer®  
Dr. F. Fluent™  
Dr. H. Tueau™  
DR/Check™  
EC 310™  
FerroMo®  
FerroVer®  
FerroZine®  
FilterTrak™ 660  
Formula 2533™  
Formula 2589™  
Gelex®

H<sub>2</sub>O University™  
H<sub>2</sub>OU™  
Hach Logo®  
Hach One®  
Hach Oval®  
Hach.com™  
HachLink™  
Hawkeye The Hach Guy™  
HexaVer®  
HgEx™  
HydraVer®  
ICE-PIC™  
IncuTroj®  
Just Add Water™  
LeadTrak®  
m-ColiBlue24®  
ManVer®  
MolyVer®  
Mug-O-Meter®  
NetSketcher™  
NitraVer®  
NitriVer®  
NTrak®  
OASIS™  
On Site Analysis.  
Results You Can Trust<sup>SM</sup>  
OptiQuant™  
OriFlow™  
OxyVer™  
PathoScreen™  
PbEx®  
PermaChem®  
PhosVer®  
Pocket Colorimeter™  
Pocket Pal™  
Pocket Turbidimeter™

Pond In Pillow™  
PourRite®  
PrepTab™  
ProNetic™  
Pump Colorimeter™  
QuanTab®  
Rapid Liquid™  
RapidSilver™  
Ratio™  
RoVer®  
*sensio*™  
Simply Accurate<sup>SM</sup>  
SINGLET™  
SofChek™  
SoilSYS™  
SP 510™  
SpecV™  
StablCal®  
StannaVer®  
SteriChek™  
StillVer®  
SulfaVer®  
Surface Scatter®  
TanniVer®  
TenSette®  
Test 'N Tube™  
TestYES!<sup>SM</sup>  
TitraStir®  
TitraVer®  
ToxTrak™  
UniVer®  
VIScreen™  
Voluette®  
WasteAway™  
ZincoVer®

<b>Marques de Hach Company</b> .....	2
<b>Spécifications</b> .....	5
<b>UTILISATION</b> .....	7
<b>Chapitre 1 Description Generale</b> .....	9
1.1 Introduction .....	9
1.1.1 Utilisation d'une Technique pour la Première Fois .....	10
1.2 Technique Détaillée .....	11
1.3 Conseils Utiles .....	15
1.3.1 Pour réutiliser une cartouche partiellement vide .....	15
1.3.2 Pour calculer le volume de titrant utilisé .....	15
1.3.3 Pour remplir vos propres cartouches .....	16
1.3.4 Vérification de la Technique .....	16
1.4 Adaptation d'un Titrage à la Burette pour Utilisation avec le Titrimètre Digital .....	18
1.5 Utilisation des sachets PermaChem .....	19
1.6 Sécurité .....	20
<b>Chapitre 2 Vérification d'exactitude et addition d'étalons</b> .....	21
<b>Chapitre 3 Techniques de Titrage</b> .....	31
<b>ACIDE-BASE</b>	
Methode 8200, (10 - 4000 mg/l comme meq/l) .....	33
<b>ACIDES VOLATILS</b>	
Methode 8218, Technique utilisant l'hydroxyde de sodium .....	37
<b>ACIDITE, Forte et Totale</b>	
Methode 8201 et 8202, Acidité au méthyl-orange et à la phénolphthaléine (10 - 4000 mg/l comme CaCO <sub>3</sub> ) .....	39
<b>ALCALINITE</b>	
Methode 8203, Phenolphthalein and Total Method (10 - 4000 mg/l comme CaCO <sub>3</sub> ) .....	43
<b>CARBONE DIOXYDE</b>	
Methode 8205, Technique utilisant l'hydroxyde de sodium (10 - 4000 mg/l as CO <sub>2</sub> ) .....	49
<b>CHLORE, Libre et Total</b>	
Methode 8210, Methode au sulfate de fer(II) et d'ethylenediammonium (FEAS) (1 - 3,00 mg/l comme Cl <sub>2</sub> ) .....	52
<b>CHLORE, Total</b>	
Methode 8209, Méthode Iodométrique (1 - 400 mg/l comme Cl <sub>2</sub> utilisant Thiosulfate de Soduim) .....	55
Méthode Iodométrique (20 - 70 mg/l comme Cl <sub>2</sub> utilisant Thiosulfate de Soduim) .....	57
<b>CHLORURE</b>	
Methode 8206 et 8207, Méthodes au nitrate mercurique et au nitrate d'argent (10 - 10.000 mg/l comme Cl <sup>-</sup> ) .....	61
<b>CHROMATE</b>	
Methode 8211, Technique utilisant le Thiosulfate de Sodium (20 - > 400 mg/l comme CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ) .....	66

# Table des Matieres

---

<b>DURETE TOTALE, CALCIQUE, MAGNESIENNE</b> .....	70
<b>DUREÉ, Calcique</b>	
Methode 8204, Technique utilisant EDTA (10 - 4000 mg/l as CaCO <sub>3</sub> ).....	71
<b>DUREÉ, Total</b>	
Methode 8213, Technique utilisant EDTA (10 - 4000 mg/l as CaCO <sub>3</sub> ).....	76
<b>DUREÉ, Total, Séquentielle</b>	
Methode 8329, Séquentielle de Titrage (Echantillon Limitée) (10 - 4000 mg/l comme CaCO <sub>3</sub> ).....	82
<b>FER</b>	
Methode 8214, Technique utilisant la Cartouche de Titrage TitraVer (10 - 1000 mg/l as Fe).....	88
<b>OXYGÈNE DISSOUS</b>	
Methode 8215 et 8332, Modification Azide de la Méthode Winkler (1 à plus de 10 mg/l comme OD) .....	91
<b>SALINITE</b>	
Methode 10073, Technique utilisant Nitrate Mercurique (0 - 100 parties pour mille de salinité).....	97
<b>SULFITE</b>	
Methode 8216, Technique avec Iodate-Iodure (4 à plus de 400 mg/l comme SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> ) .....	99
<b>TURBIDITÉ, ÉTALONS</b>	
Methode 8217, Préparation de l'eau sans turbidité .....	102
<b>INFORMATIONS GENERALES</b> .....	107
<b>Pieces de Rechange et Accessoires</b> .....	108
<b>Pour Commander</b> .....	109

## Titrimètre Digital

**Débit** : 800 unités/ml ou .000125 ml/unités

**Précision\*** : L'exactitude est à  $\pm 1\%$  pour un titrage de plus de 100 unités. (L'incertitude de lecture est 1 unité. La plupart des échantillons exigent plus de 100 unités.)

**Poids** : 132 g (4.7 oz.)

## Cartouches pour le Titrimètre Digital

**Volume** : 13 ml

**Nombre d'analyse** : La plupart des réactifs sont formulés pour permettre 100 titrages moyens; Le nombre peut varier selon la concentration de l'échantillon.

**Poids (pleines)** : 56.75g (2 oz.)

---

\* La précision de la méthode comprend, en plus du Titrimètre Digital, d'autres sources d'erreur contrôlés par l'analyseur. D'autres sources sont : le prélèvement des échantillons, le volume d'échantillon, la dilution (le cas échéant), la détection du point de virage, la qualité du réactif et les interférences.





## UTILISATION

### **DANGER**

*La manipulation des échantillons chimiques, étalons et réactifs peut être dangereuse. Lire les Fiches de Données de Sécurité des Produits (FDSP) et se familiariser avec toutes les procédures de sécurité avant de manipuler tous les produits chimiques.*

### **DANGER**

*Handling chemical samples, standards, and reagents can be dangerous. Review the necessary Material Safety Data Sheets and become familiar with all safety procedures before handling any chemicals.*

### **PELIGRO**

*La manipulación de muestras químicas, estándares y reactivos puede ser peligrosa. Revise las fichas de seguridad de materiales y familiarícese con los procedimientos de seguridad antes de manipular productos químicos.*

### **GEFAHR**

*Das Arbeiten mit chemischen Proben, Standards und Reagenzien ist mit Gefahren verbunden. Es wird dem Benutzer dieser Produkte empfohlen, sich vor der Arbeit mit sicheren Verfahrensweisen und dem richtigen Gebrauch der Chemikalien vertraut zu machen und alle entsprechenden Material Sicherheitsdatenblätter aufmerksam zu lesen.*

### **PERICOLO**

*La manipolazione di campioni, standard e reattivi chimici può essere pericolosa. La preghiamo di prendere conoscenza delle Schede Tecniche necessarie legate alla Sicurezza dei Materiali e di abituarsi con tutte le procedure di sicurezza prima di manipolare ogni prodotto chimico.*





## 1.1 Introduction

Le titrimètre digital Hach est un nouveau concept dans l'analyse volumétrique. C'est un dispositif de dosage de précision utilisant des solutions titrantes concentrées en conteneurs compacts appelés cartouches. Des titrages exacts sont réalisés sans l'encombrement et la fragilité des burettes classiques.

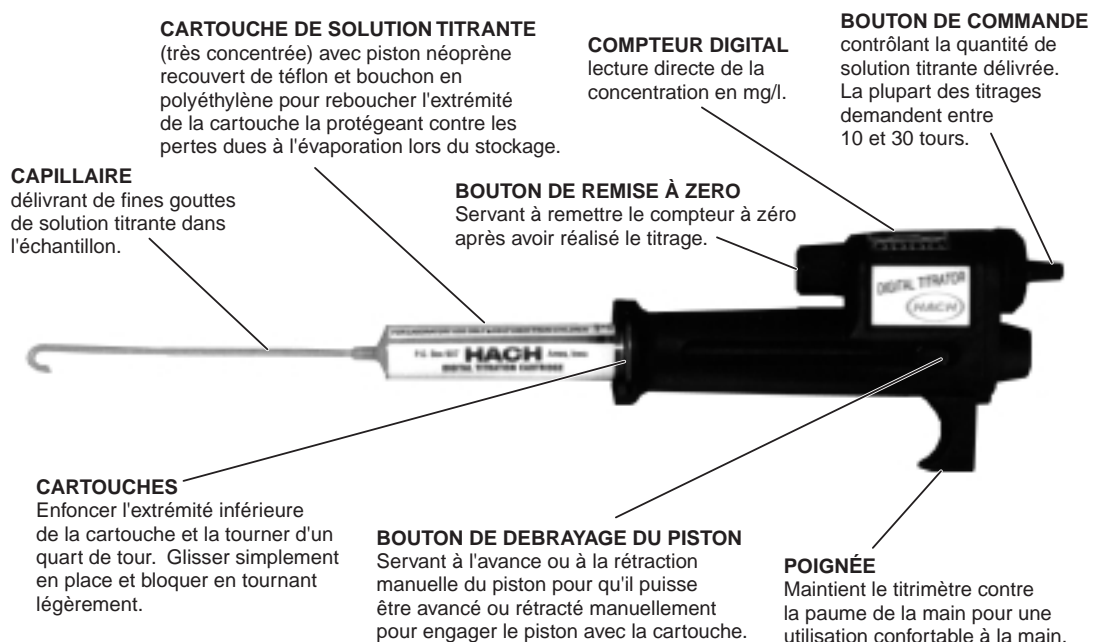
Une vis sans fin dans le titrimètre digital commande un piston qui pousse la solution hors de la cartouche avec un débit contrôlé. Le corps du titrimètre est construit en plastique acétal moulé résistant à l'usure, aux chocs et à la corrosion. L'exactitude est  $> \pm 1\%$  pour un titrage de plus de 100 unités. Pour les titrages de moins de 100 unités, l'exactitude est  $\pm 1$  unité.

Les solutions titrantes (les titrantes) sont fournies en cartouches polypropylène ou Kynar® à usage unique avec pistons Néoprène recouverts de Téflon et bouchons polyéthylène réutilisables pour couvrir les pointes de cartouches. Chaque cartouche contient environ 13 ml de solution titrante, suffisants pour 50 à 100 titrages moyens. La plupart des solutions titrantes sont contrôlées à  $\pm 0,5\%$  des normalités avec la normalité et les tolérances indiquées sur l'étiquette. Les concentrations titrantes sont prévues pour des titrages de 10 à 40 tours (100 à 400 unités) du bouton de commande. Pour les gammes de concentration les plus couramment utilisées, les unités apparaissant dans la fenêtre du compteur correspondent à la concentration de l'échantillon.

Les titrages à la main ou sur statif fixe sont possibles avec le titrimètre digital. L'appareil possède une poignée pour l'utilisation à la main et peut être fixé sur l'agitateur TitraStir Hach ou un statif de laboratoire pour un montage fixe. Voir [Figure 1](#).

Chaque titrimètre digital est fourni avec 5 capillaires et un manuel de méthodes, ce qui comporte les paramètres les plus couramment éprouvés et leurs cartouches titrantes correspondantes. Des tubes capillaires à angle droit pour les montages sur statif sont disponibles en accessoires optionnels.

**Figure 1 Titrimetre Digital Hach**



## 1.1.1 Utilisation d'une Technique pour la Première Fois

Chaque méthode est divisée en 5 parties : technique, vérification de l'exactitude, interférences, principe de la méthode, et réactifs et accessoires. Pour obtenir d'autres informations concernant la sélection d'une technique ou d'obtenir les réponses aux questions des produits chimiques, voir le *Manuel d'Analyse d'Eau Hach* (réf. 8374)

La **Technique** détaille pas à pas comment réaliser la méthode. Pour sélectionner le volume d'échantillon approprié et la cartouche en fonction de la concentration de l'échantillon attendue, utiliser les tables fournis dans chaque technique. Si la gamme de concentration de l'échantillon est inconnue, commencer avec l'un des plus petits volumes et déterminer approximativement la concentration. Titrer à nouveau avec le volume d'échantillon approprié.

Les gammes dans le tableau se recouvrent pour une plus grande flexibilité. Dans presque toutes les techniques, le nombre d'unités utilisées pour chaque gamme de concentration sera compris entre 100 et 400 unités.

Pour déterminer la concentration réelle de l'échantillon, utiliser le facteur de multiplication correspondant au volume d'échantillon et à la cartouche utilisée.

Tout au long de la technique, des notes fournissent des informations complémentaires.

La **Vérification de l'exactitude** permet de contrôler les résultats et de déterminer la présence d'interférences. Elle permet de vérifier aussi la validité des réactifs, le titrimètre digital et la technique de l'opérateur. Des informations complémentaires sont données dans [Chapitre 2 en page 21](#).

La partie **Interférences** identifie les interférences courantes donnant des résultats inexacts et indique comment éliminer leurs effets. Les niveaux d'interférence sont basés sur le volume d'échantillon ayant 1,0 comme facteur de multiplication. Des concentrations d'interférants plus importantes peuvent être tolérées si un volume plus petit est utilisé.

La partie **Principe de la méthode** décrit la réaction chimique mise en œuvre et des informations relatives à toute la technique.

La liste des **Réactifs et Accessoires** figure à la fin de chaque méthode. Tous les articles nécessaires pour effectuer l'analyse sont indiqués en premier et sont fournis par Hach. Les articles utilisés dans les notes ou pour éliminer les interférences sont repris dans la liste des réactifs et accessoires optionnels.

## 1.2 Technique Détaillée

1. Choisir un volume d'échantillon et la cartouche correspondant à la gamme de concentration attendue pour l'échantillon à partir du tableau figurant dans chaque technique.

Si la gamme de concentration de l'échantillon est inconnue, commencer avec l'un des plus petits volumes et déterminer sa concentration approximative. Titrer à nouveau avec le volume d'échantillon approprié.

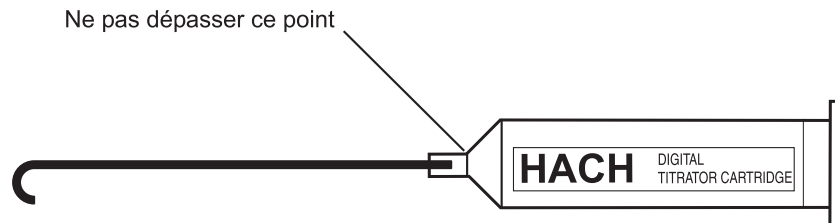
2. Fixer la cartouche sur le titrimètre en la glissant en place, et la bloquer en position en la tournant légèrement. Voir [Figure 2](#).
3. Retirer le bouchon de la cartouche et introduire un capillaire propre dans la pointe de la cartouche. Voir [Figure 3](#). Utiliser un capillaire droit terminé par une crosse pour les titrages à la main ; un capillaire à angle droit avec crosse est utilisé pour les montages sur statifs.

Ne pas introduire le capillaire au delà de la pointe de la cartouche. Voir [Figure 3](#). Dans certains cas, il peut être nécessaire d'ébavurer la pointe du capillaire avant introduction.

**Figure 2** Glissement en place de la cartouche



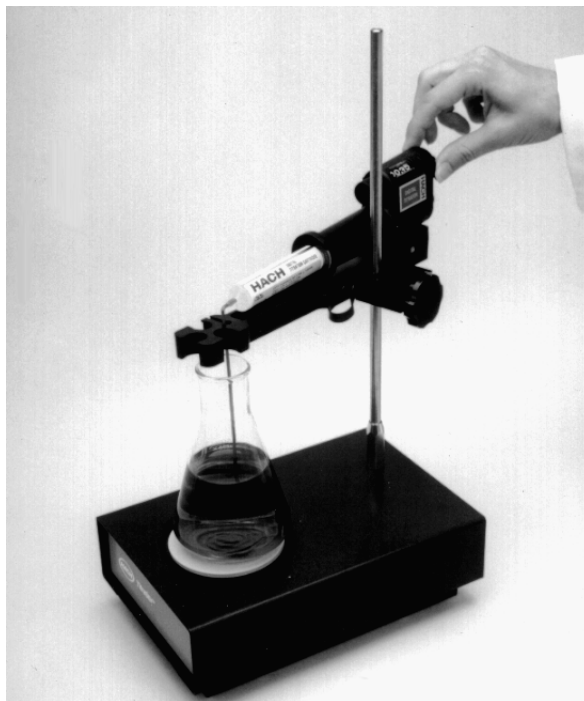
**Figure 3** Introduction du capillaire



4. Pour les montages fixes, utiliser l'agitateur TitraStir ou une pince et une noix pour monter le titrimètre sur un statif de laboratoire. Voir [Figure 4](#) et [Figure 5](#).

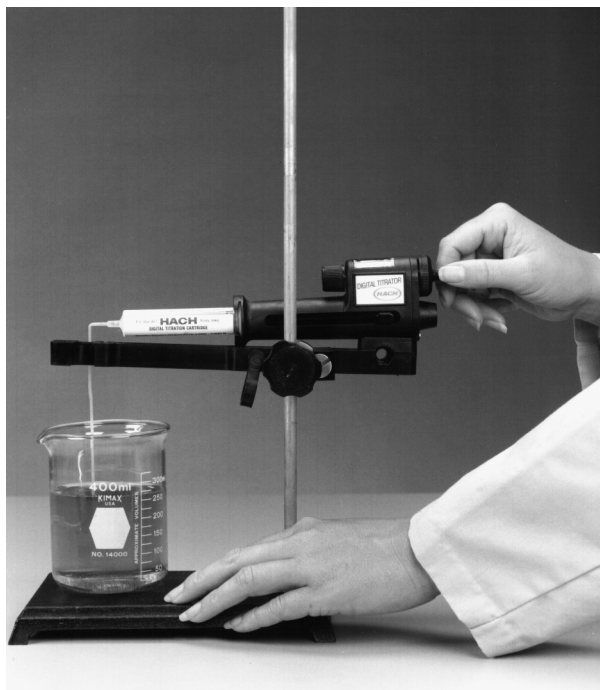
---

**Figure 4 Montage sur Agitateur TitraStir**



---

**Figure 5 Montage sur statif**



L'agitateur TitraStir soutient le titrimètre digital pendant le titrage et remue l'échantillon à une vitesse constante, ce qui permet des titrages à mains libres et une lecture aisée à l'analyste. Quand l'agitateur TitraStir est utilisé, substituer ou ajouter l'Appareillage Optionnel suivant.

## Appareillage

Désignation	Quantité nécessaire par essai	Unité	Réf n°
Capillaires à angle droit (90°) avec crosse	1	paq. 5	41578-00
Fiole, Erlenmeyer, 125 ml	1	each	505-43
Fiole, Erlenmeyer, 250 ml	1	each	505-46
Barreau d'agitation magnétique, 28,6 x 7,9 mm	1	each	20953-52
Agitateur TitraStir/Statif, 115V	1	each	19400-00
Agitateur TitraStir/Statif, 230V	1	each	19400-10

5. Pour rincer le capillaire et obtenir l'écoulement de la solution titrante, diriger la pointe de la cartouche vers le haut. Avancer le bouton de débrayage pour engager le piston avec la cartouche (pousser le bouton vers la cartouche.) Ne pas faire sortir la solution sans avoir poussé le piston vers la cartouche. Tourner le bouton de commande du piston pour chasser l'air et faire couler quelques gouttes de solution. En tournant le bouton, une vis sans fin pousse un piston métallique contre le piston Néoprène de la cartouche et force le liquide hors de la cartouche dans le capillaire. Utiliser le bouton de remise à zéro pour ramener à zéro le compteur digital du titrimètre et essuyer l'extrémité du capillaire. Il est possible de rincer la pointe du capillaire à l'eau désionisée au lieu de l'essuyer.
6. Au moyen d'une pipette ou de la plus petite éprouvette graduée appropriée, mesurer le volume d'échantillon donné dans le tableau. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 125 ou 250 ml. Si nécessaire, ajouter de l'eau désionisée jusqu'au volume approprié.

**Note :** Les mesures et les dilutions (le cas échéant) du volume d'échantillon doivent être effectuées avec précision. Pourtant, le volume total final de la solution titrante n'est pas si important.

7. Ajouter les réactifs nécessaires à l'échantillon, et agiter pour mélanger.

8. Immerger le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant. Titrer en tournant le bouton de commande jusqu'au virage de l'indicateur. Continuer à tourner le bouton de commande, et agiter l'échantillon jusqu'à ce que le point de virage est atteint. Noter le nombre d'unités dans la fenêtre du compteur. Voir [Figure 6](#).

**Note :** Le nombre d'unités nécessaires se situera dans la gamme de 100 à 400. Dans presque toutes les techniques, si le nombre d'unités nécessaires est inférieur à 100 ou supérieur à 400, un volume d'échantillon différent ou une cartouche différente doit être utilisé.

**Note :** Si l'extrémité du capillaire est tenue hors de la solution plutôt que de l'immerger dans la solution, les résultats obtenus seront inexacts.

9. Calculer la concentration de l'échantillon en utilisant la formule suivante :

Nombre d'unités X Facteur de multiplication = concentration de l'échantillon

où :

Nombre d'unités = le nombre apparaissant dans la fenêtre du compteur digital à l'étape 8.

Facteur de multiplication = le nombre figurant dans le tableau de la technique. Il tient compte de la dilution de l'échantillon et du titre de la solution titrante.

---

**Figure 6** Titrage de l'échantillon



10. A la fin de la journée, après avoir effectué des épreuves, presser le bouton de débrayage du piston et rétracter manuellement le piston dans le corps du titrimètre. Retirer la cartouche. Retirer le capillaire et remettre en place le bouchon polyéthylène sur la cartouche. Voir [Figure 7](#)
11. Après usage, jeter ou nettoyer la capillaire immédiatement. Pour nettoyer, injecter de l'eau puis de l'air dans le capillaire au moyen d'une seringue ou d'un petit tuyau.

**Figure 7 Rétraction du piston**



## 1.3 Conseils Utiles

### 1.3.1 Pour réutiliser une cartouche partiellement vide

1. Rétracter complètement le piston du titrimètre et monter la cartouche sur l'appareil.
2. Presser le bouton de débrayage du piston et amener manuellement le piston du titrimètre contre le piston de la cartouche.
3. Fixer un capillaire à la cartouche. Tenir la pointe de la cartouche vers le haut. Ejecter l'air et quelques gouttes de titrant, remettre le compteur à zéro et essuyer la pointe.
4. Titrer comme habituellement.

### 1.3.2 Pour calculer le volume de titrant utilisé

Les normalités de la plupart des cartouches de solutions Hach ont été prévues pour que le nombre d'unités utilisées dans un titrage corresponde à la concentration de l'échantillon en mg/l. Pour déterminer le volume utilisé en ml, diviser la lecture au compteur digital par 800.



## 1.3.3 Pour remplir vos propres cartouches

Les cartouches peuvent être nettoyées et remplies ou des cartouches vides neuves réf. n° 14495-01 peuvent être obtenues chez Hach. Voir [Figure 8](#). Pour remplir d'anciennes cartouches vides, pousser le piston hors de la cartouche en appliquant une pression d'air par l'embout. Après avoir soigneusement nettoyé et séché la cartouche et le piston, placer le bouchon sur l'embout, remplir avec la solution et replacer le piston dans la cartouche en évitant de détériorer la protection en Téflon. Le remplissage peut se faire aussi à la pointe au moyen d'un seringue.

**Figure 8** Cartouches du Titrimètre Digital



## 1.3.4 Vérification de la Technique

En cas de changement de technique ou d'utilisation d'un nouvel équipement, il est utile d'analyser un échantillon de concentration connue. Cette façon de procéder donne à l'opérateur l'assurance qu'il utilise correctement la technique et que le nouvel équipement fonctionne correctement. L'un des objectifs importants de Hach est de fournir à l'opérateur les moyens de vérifier que les résultats des analyses effectuées avec les équipements Hach sont corrects sans avoir recours à un laboratoire extérieur ou à un chimiste.

Pour la plupart des analyses dans ce manuel, le [Tableau 1](#) liste chaque technique, l'étalon suggéré, le volume d'étalon requis, la cartouche utilisée et le nombre d'unités prévu lorsque le test est effectué correctement. Les étalons suggérés sont les ampoules Voluette ou PourRite lorsque cela est possible en raison de leur exactitude et stabilité supérieures.

### **Pour utiliser ces étalons, suivre les étapes suivantes :**

1. Sélectionner la technique retenue et commander l'étalon approprié en utilisant les numéros de référence indiqués.
2. Au moyen d'une pipette TenSette ou d'une pipette classe A, mesurer le volume d'étalon à utiliser comme échantillon dans la technique.
3. Effectuer la technique comme indiqué en ajoutant la quantité d'eau désionisée nécessaire.
4. Après titrage, le nombre d'unités utilisées doit être approximativement égal au nombre prévu.



## Tableau 1 Etalons de titrage

Technique (paramètre)	Description de l'étalon (réf. n°)	Volume d'étalon (ml)	Cartouche de solution titrante (réf. n°)	Unités prévues
Acide-Base : - Acide  - Base	0,500 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (2121-26)	1,0	1,600 N NaOH (14379-01)	250
		5,0	8,00 N NaOH (14381-01)	250
	0,500 N Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (14278-10)	1,0	1,600 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (14389-01)	250
		5,0	8,00 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (14391-01)	250
Acidité	0,500 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (2121-26)	0,1	0,1600 N NaOH (14377-01)	250
		1,0	1,600 N NaOH (14379-01)	250
Alcalinité	0,500 N Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (1478-10)	0,1 1,0	0,1600 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (14388-01) 1,600 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (14389-01)	250 250
Calcium* - mg/l CaCO <sub>3</sub>  - Degré allemand	10,000 mg/l CaCO <sub>3</sub> (2187-10)	0,1	0,0800 M EDTA (14364-01)	100
		1,0	0,800 M EDTA (14399-01)	100
	10,000 mg/l CaCO <sub>3</sub> (2187-10)	0,2	0,1428 M EDTA (14960-01)	112
		1,0	0,714 M EDTA (14959-01)	112
CO <sub>2</sub>	10,000 mg/l CO <sub>2</sub> (14275-10)	0,2	0,3636 N NaOH (14378-01)	100
		2,0	3,636 N NaOH (14380-01)	100
Chlorure	12,500 mg/l Cl (14250-10)	0,1	0,2256 N Hg(NO <sub>3</sub> ) (14393-01)	125
		0,1	0,2256 N AgNO <sub>3</sub> (14396-01)	125
		1,0	1,128 N AgNO <sub>3</sub> (14397-01)	250
		1,0	2,256 N Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (921-01)	125
Chlore	50 mg/l Cl <sub>2</sub> (14268-10) (voir certificat)	2,0	0,02256 N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (24091-01)	Varie**
		0,5	0,00564 N FEAS (22923-01)	Varie***
Chromate	1000 mg/l Cr <sub>6</sub> (14664-42) (2231 mg/l CrO <sub>4</sub> )	1,0	0,2068 N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (22676-01)	223
Dureté totale - mg/l CaCO <sub>3</sub>  - Degré allemand	10,000 mg/l CaCO <sub>3</sub> (2187-10)	0,1	0,0800 M EDTA (14364-01)	100
		0,1	0,0800 M CDTA (14402-01)	100
		1,0	0,800 M EDTA (14399-01)	100
		1,0	0,800 M CDTA (14403-01)	100
		0,2	0,1428 M EDTA (14960-01)	112
	1,0	0,714 M EDTA (14959-01)	112	
Fer	50 mg/l Fe (14254-10)	10,0	0,0716 M TitraVer (20817-01)	100
	1000 mg/l Fe (2271-42)	10,0	0,716 M TitraVer (20818-01)	200
Oxygène Dissous****	10 mg/l comme DO (401-11)	100	0,2000 N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (22675-01)	500
		200	2,00 N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (14401-01)	100
Sulfite	5000 mg/l SO <sub>3</sub> (22674-10)	1,0	0,3998 N KIO <sub>3</sub> -KI (14961-01)	250

\* Une à deux gouttes de solution de magnésium à 10 g/l en CaCO<sub>3</sub> doivent être ajoutées pour obtenir un virage franc. Les gouttes ajoutées ne changent pas le résultat.

\*\* Le nombre prévu d'unités est égal au volume d'étalon multiplié par la concentration sur le certificat. (Ex : 2 ml x 50 mg/l = 100 unités).

\*\*\* Le nombre prévu d'unités est égal au volume d'étalon et multiplié par le facteur 4. (Ex : 0,5 ml x 50 mg/l x 4 = 100 unités).

\*\*\*\* Ajouter une gélule d'acide sulfamique au volume d'étalon et suivre les étapes 10 à 12 de la technique oxygène dissous. Il n'est pas nécessaire d'ajouter les 2 premiers réactifs.

## 1.4 Adaptation d'un Titrage à la Burette pour Utilisation avec le Titrimètre Digital

Adapter toute technique de titrage utilisant une burette pour le Titrimètre Digital en utilisant la méthode suivante :

1. Déterminer le nombre approximatif d'unités au compteur nécessaires. Le Titrimètre Digital délivre 1ml pour 800 unités au compteur nécessaires. En utilisant l'équation suivante, déterminer les unités au compteur nécessaires pour votre technique à la burette.

$$\text{Unités au compteur nécessaires} = \frac{N_t \times ml_t \times 800}{N_c}$$

Si :

$N_t$  = normalité du titrant de la burette

$ml_t$  = millilitres de titrant de la burette nécessaires pour un titrage moyen

$N_c$  = normalité de la cartouche du Titrimètre Digital

2. Si le nombre d'unités au compteur est compris entre 70 et 350, utiliser la méthode décrite, en substituant directement le Titrimètre Digital à la burette. Si le nombre d'unités au compteur est en dehors de cette gamme, apporter les modifications suivantes :
  - a. Si le nombre d'unités au compteur est supérieur à 350, réduire le volume de l'échantillon pour économiser le titrant.
  - b. Si le nombre d'unités au compteur est inférieur à 70, augmenter le volume de l'échantillon pour augmenter la précision.
  - c. Si le volume de l'échantillon est modifié, ajuster la quantité de tampon ou de réactifs dans la même proportion.
3. Si le Titrimètre Digital est utilisé pour remplacer une burette, noter le nombre d'unités au compteur pour un titrage d'échantillon. Pour convertir les unités au compteur en nombre équivalent de millilitres si la méthode à la burette était utilisée, calculer :

$$\text{Equivalent en Millilitres} = \text{unités au compteur} \times \frac{N_c}{800 \times N_t}$$

Si le volume de l'échantillon a été modifié, ajuster l'équivalent en millilitres en conséquence. Si le volume de l'échantillon a été augmenté, réduire l'équivalent en millilitres ; si le volume de l'échantillon a été diminué, augmenter l'équivalent en millilitres. Multiplier l'équivalent en millilitres par les facteurs normalement utilisés pour calculer la concentration en mg/l, g/l, etc.

**Exemple :** adapter une technique à la burette qui nécessite normalement environ 20 ml d'un titrant 0.4 N, pour le Titrimètre Digital. Essayer une cartouche de titrage de 8.0 N. La première équation ci-dessus donne :

$$\text{Unités au compteur} = \frac{0,4 \times 20 \times 800}{8,0} = 800 \text{ unités}$$

Ce résultat utilisant trop de titrant, réduire le volume de l'échantillon au quart de son volume normal pour réduire les unités au compteur à 200, à l'intérieur de la gamme recommandée.

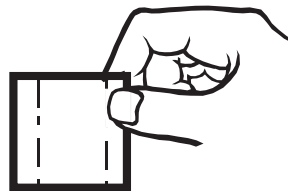
A la fin du titrage utilisant l'échantillon plus petit, calculer les millilitres équivalents à la burette à l'aide de la seconde équation ci-dessus. Si les unités au compteur étaient de 205 :

$$\text{Millilitres équivalents à la burette} = \frac{205 \times 8,0}{800 \times 0,4} = 5.13 \text{ ml}$$

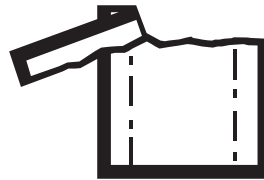
Multiplier les 5.13 ml par quatre pour tenir compte de la réduction du volume de l'échantillon pour obtenir les millilitres équivalents à la burette corrects. Si la technique à la burette nécessitait de multiplier le nombre de millilitres de titrant par un facteur pour calculer la concentration d'un composant d'échantillon, multiplier 20.5 par ce facteur.

## 1.5 Utilisation des sachets PermaChem

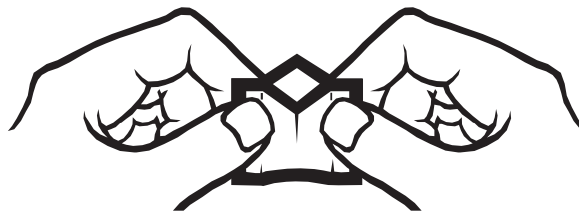
1. **Taper** légèrement le sachet PermaChem contre une surface dure pour rassembler le réactif en poudre au fond du sachet.



2. **Déchirer** en suivant le pointillé, où c'est marquée "tear", en éloignant le sachet de votre visage.



3. Avec les deux mains, **pousser** les deux bords l'un vers l'autre jusqu'à ce que les pouces et les index forment un diamant. Plisser de manière qu'il forme un bec verseur.



4. **Verser** le contenu du sachet dans l'échantillon. La doublure polyfilm est formulée pour apporter toute la poudre nécessaire pour obtenir des résultats précis (le frappement sur les côtés n'est pas nécessaire).



## 1.6 Sécurité

La sécurité est la responsabilité de chaque individu effectuant les méthodes d'analyse, et l'opérateur doit développer et maintenir de bonnes habitudes de sécurité. Comme de nombreuses méthodes d'analyses nécessitent l'emploi de réactifs et d'appareillages potentiellement dangereux, il est important pour l'opérateur de minimiser les risques d'accidents en pratiquant de bonnes techniques de laboratoire. Quelques règles s'appliquant à l'analyse d'eau au laboratoire ou sur le terrain sont données ci-après. De nature générale, elles mettent l'accent sur les pratiques qui sont les facteurs principaux d'accidents.

- Lire soigneusement les étiquettes. Ne pas mettre un réactif différent dans un récipient étiqueté sans changer l'étiquette. Lors de la préparation d'un réactif ou d'une solution étalon, étiqueter clairement le récipient et le dater.
- Une Fiche de Donnée de Sécurité des Produits (FDSP) est incluse avec chaque réactif. Cette fiche fournit des informations de sécurité essentielles concernant les premiers secours, les renversements et la disposition des produits chimiques, et les précautions à prendre lors de la manipulation. Lire avant d'utiliser le produit.
- Des avertissements figurent également sur les appareils utilisés dans les méthodes d'analyse. Observer les précautions recommandées.
- Des vêtements de protection doivent être portés pour la manipulation de produits chimiques qui provoquent une irritation ou des brûlures. Lorsque des produits caustiques sont utilisés, une protection des yeux en particulier est importante pour se protéger des projections lors de déversements accidentels.
- Utiliser des pinces ou des doigtiers pour le transfert de matériels chauds.
- Ne jamais pipetter à la bouche. Le pipettage à la bouche peut conduire à l'ingestion accidentelle de produit chimique dangereux. Prendre l'habitude d'utiliser des systèmes mécaniques de pipettage pour toute aspiration de liquide. Des erreurs qui pourraient causer des blessures graves seront évitées.
- Etre particulièrement attentif avec les réactifs et accessoires dangereux.
- Suivre les étapes de la technique d'analyse en observant soigneusement toutes les mesures de précaution. Il est recommandé de lire attentivement toute la méthode d'analyse avant de l'effectuer. Utiliser les équipements de sécurité — poires à pipetter, vêtements de protection et hottes d'aspiration — appropriés à la technique utilisée. Essayer immédiatement tous les réactifs répandus. Ne pas fumer ou manger dans un endroit où des produits toxiques ou irritants sont utilisés. Utiliser les réactifs et appareils seulement pour l'emploi pour lequel ils ont été prévus et les utiliser comme indiqué dans la méthode d'analyse. La verrerie endommagée et les appareils dont le fonctionnement est douteux ne doivent pas être utilisés.

La plupart des techniques dans ce manuel ont une vérification d'exactitude basée sur la méthode d'addition d'étalon. L'addition d'étalons est une méthode couramment utilisée, permettant à l'analyste de vérifier la validité de ses résultats. Également connue sous le nom de méthode des ajouts connus, la technique ajoute une petite quantité du composant (paramètre) à mesurer à un échantillon analysé et l'analyse est répétée. L'augmentation du résultat doit être égale à la quantité d'étalon ajoutée. Le résultat peut être utilisé pour vérifier la validité des réactifs, de l'appareil et des accessoires et la technique elle-même.

### Première étape : la vérification de l'exactitude

Effectuer la technique et la vérification de l'exactitude comme décrit dans ce manuel. Dans chaque vérification d'exactitude, le nombre d'unités prévu pour chaque incrément est donné. Si le nombre réel d'unités est égal au nombre prévu, l'analyste peut conclure que la réponse pour l'échantillon était exacte et que les réactifs accessoires et méthode utilisée sont corrects.

### Seconde étape : l'arbre de décision

Si le nombre d'unités obtenu varie notablement, on doit conclure que le problème est dû aux réactifs, à l'appareillage, à la technique ou une substance qui interfère. En utilisant une approche logique, la source d'erreur peut être systématiquement déterminée. L'utilisation, étape par étape, de l'arbre de décision de la [Figure 9](#) facilitera largement l'identification du problème. Une explication de chaque étape de l'arbre de décision est donnée ci-après.

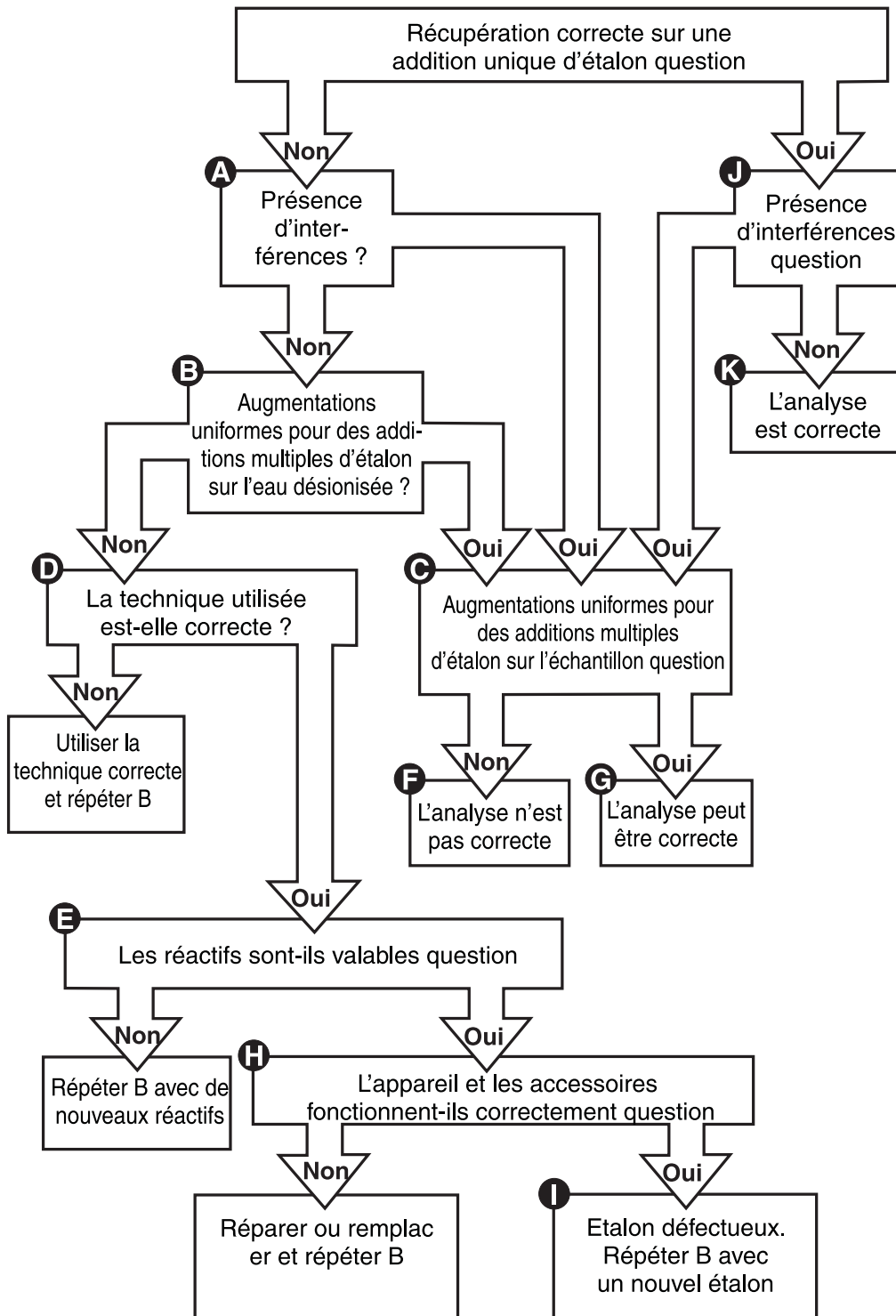
### Troisième étape : les branches

#### Branche A

Supposons que la première des 3 additions d'étalon à l'échantillon n'ait pas donné l'augmentation de concentration prévue. Une des causes possibles peut être la présence d'interférences. D'autres causes peuvent être des réactifs défectueux, une méthode incorrecte, un appareil et/ou des accessoires défectueux ou un étalon défectueux utilisé pour l'addition. Si des interférences sont certaines ou possibles, passer à la branche C. En l'absence d'interférences, passer à la branche B. La technique chlorure, méthode au nitrate d'argent, est utilisée comme exemple tout au long de ces étapes.

# Vérification d'exactitude et addition d'étalons

Figure 9 Arbre de décision



# Vérification d'exactitude et addition d'étalons

## Branche B

Répéter la vérification d'exactitude donnée dans la technique en remplaçant l'échantillon par le même volume d'eau désionisée. Par exemple, en utilisant la technique chlorure, méthode au nitrate d'argent :

1. Prendre un échantillon de 50,0 ml d'eau désionisée et suivre la technique chlorure, méthode au nitrate d'argent. Noter le nombre d'unités nécessaires pour le titrage.
2. Ajouter 0,10 ml de solution étalon de chlorure à 12.500 mg/l et titrer jusqu'au point de virage. Noter le nombre d'unités nécessaires pour le titrage.
3. Répéter, en utilisant deux ajouts supplémentaires de 0,1 ml d'étalon chlorure à 12.500 mg/l, en titrant jusqu'au point de virage après chaque addition. Noter le nombre d'unités nécessaires.
4. Représenter les résultats sous forme de tableau comme indiqué ci-dessous:

Volume total d'étalon ajouté (ml)	Nombre total d'unités utilisées	Quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)	Concentration totale trouvée (mg/l)
0	—	0	—
0,1	—	—	—
0,2	—	—	—
0,3	—	—	—

Le **volume total d'étalon ajouté (ml)** varie selon la technique utilisée.

Le **nombre total d'unités utilisées** est le nombre total d'unités noté après chaque titrage.

La **quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)** est déterminée pour chaque addition par l'équation suivante :

$$\frac{\text{Volume total d'étalon ajouté (ml)}}{\text{Volume d'échantillon (ml)}} \times \text{Concentration de l'étalon (mg/l)} = \text{Quantité totale d'étalon ajoutée (mg/l)}$$

La **concentration totale trouvée (mg/l)** pour le paramètre est déterminée en suivant l'étape de calcul de la technique utilisée. Utiliser le même volume d'eau désionisée que d'échantillon. L'addition d'étalon ne change pas le facteur de multiplication.

En effectuant la technique ci-dessus, le tableau complet serait :

Volume total d'étalon ajouté (mg/l)	Nombre total d'unités utilisées	Quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)	Concentration totale trouvée (mg/l)
0	0	0	0
0,1	25	25	25
0,2	50	50	50
0,3	75	75	75

# Vérification d'exactitude et addition d'étalons

Pour compléter le tableau, les calculs suivants ont été faits en utilisant la formule ci-dessus :

1ère addition :

$$\frac{0,1}{50} \times 12.500 = \text{Quantité totale d'étalon ajoutée (mg/l)} = 25 \text{ mg/l}$$

2ème addition :

$$0,1 + 0,1 = 0,2 \text{ ml} = \text{Volume total d'étalon ajoutée (mg/l)}$$

0,2 ml dans la formule ci-dessus donne 50 mg/l pour la quantité totale d'étalon ajoutée.

3ème addition :

$$0,1 + 0,1 + 0,1 = 0,3 \text{ ml} = \text{Volume total d'étalon ajouté (ml)}$$

0,3 ml dans la formule ci-dessus donne 75 mg/l pour la quantité totale d'étalon ajoutée.

Les résultats ci-dessus amènent à plusieurs conclusions.

- Tout d'abord, les réactifs, appareil, méthode et étalons sont corrects. Ceci est déduit du fait que le chlorure ajouté à l'eau déminéralisée a été récupéré intégralement dans les mêmes proportions uniformes que dans les additions.
- De plus, comme le chlorure ajouté à l'eau déminéralisée a été récupéré alors qu'il n'était pas récupéré après addition à un échantillon, on peut conclure que l'échantillon contient des substances qui empêchent les réactifs de réagir correctement.
- Enfin, on peut conclure que la première analyse de l'échantillon était inexacte.

Si les résultats ci-dessus ont donné les augmentations correctes entre les additions, passer à la branche C. Si les résultats d'additions multiples sont incorrects, passer à la branche D.

## Branche C

Si des ions gênants sont présents, on peut conclure que l'analyse est incorrecte. Il est cependant possible, par la méthode des additions multiples, d'arriver à une très bonne approximation du résultat exact. Représenter les résultats sous forme de tableau comme indiqué ci-dessous :

Volume total d'étalon ajouté (ml)	Nombre total d'unités utilisées	Quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)	Concentration totale trouvée (mg/l)
0	—	0	—
—	—	—	—
—	—	—	—
—	—	—	—



# Vérification d'exactitude et addition d'étalons

Le **volume total d'étalon ajouté (mg/l)** varie selon la technique utilisée.

Le **nombre total d'unités utilisées** est le nombre total d'unités noté après chaque ajout d'étalon comme spécifié dans la vérification d'exactitude.

La **quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)** est déterminée pour chaque addition par l'équation suivante :

$$\frac{\text{Volume total d'étalon ajouté (ml)}}{\text{Volume d'échantillon (ml)}} \times \text{Concentration de l'étalon (mg/l)} = \text{Quantité totale d'étalon ajoutée (mg/l)}$$

La **concentration totale trouvée (mg/l)** pour le paramètre est déterminée en suivant l'étape de calcul de la technique utilisée. Utiliser le même volume d'eau désionisée que d'échantillon. L'addition d'étalon ne change pas le facteur de multiplication.

Si les écarts entre chaque addition sont à peu près uniformes, par exemple, 25 unités ou 25 mg/l de différence entre chaque addition, passer à la branche G. Si les écarts ne sont pas uniformes, 13-10 et 6 mg/l par exemple, passer à la branche F.

Par exemple, les chlorures ont été déterminés sur un échantillon d'eau et le résultat est 100 mg/l. L'analyste, sachant que des ions gênants peuvent être présents, a fait un ajout d'étalon de 0,10 ml de solution étalon de chlorure à 12.500 mg/l à un échantillon de 50 ml. Au lieu de trouver 25 mg/l comme prévu, le résultat obtenu est 13 mg/l.

Une seconde et une troisième addition d'étalon ont été faites. Les résultats des titrages sont reportés dans le tableau ci-dessous. Les incréments ont été respectivement 10 (123 moins 113) et 6 (129 moins 123) mg/l. L'analyste passe à la branche F.

Volume total d'étalon ajouté (mg/l)	Nombre total d'unités utilisées	Quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)	Concentration totale trouvée (mg/l)
0	100	0	100
0,1	113	25	113
0,2	123	50	123
0,3	129	75	129

Pour compléter le tableau, les calculs suivants ont été faits en utilisant la formule ci-dessus :

1 ère addition :

$$\frac{0,1}{50} \times 12.500 = \text{Quantité totale d'étalon ajoutée (mg/l)} = 25$$

2ème addition :

$$0,1 + 0,1 - 0,2 \text{ ml} = \text{Volume total d'étalon ajouté (ml)}$$

0,2 ml dans la formule ci-dessus donne 50 mg/l pour la quantité totale d'étalon ajoutée.

# Vérification d'exactitude et addition d'étalons

3ème addition :

$$0,1 + 0,1 + 0,1 = 0,3 \text{ ml.}$$

0,3 ml dans la formule ci-dessus donne 75 mg/l pour la quantité totale d'étalon ajoutée.

## Branche D

Vérifier soigneusement les instructions ou directives du mode d'emploi en s'assurant que le réactif titrant, le volume d'échantillon et le facteur de multiplication appropriés sont utilisés. Vérifier qu'il n'y a pas d'air ou de liquide autre que la solution titrante, en éjectant quelques gouttes de solution. Si des erreurs sont relevées dans l'utilisation de la technique, répéter la Branche B en utilisant une technique correcte. Si la technique est correcte, passer à la Branche E.

## Branche E

Vérifier la qualité des réactifs en utilisant une solution étalon connue pour effectuer l'analyse ou en utilisant un autre lot acheté récemment. Une liste des solutions étalons disponibles est donnée dans le [Tableau 1 en page 17](#). Si les réactifs s'avèrent défectueux, répéter la Branche B avec de nouveaux réactifs. Si les réactifs sont valables, passer à la Branche H.

## Branche F

Des exemples d'augmentations non uniformes entre additions sur un échantillon sont données ci-dessous par les [Courbe A](#), [Courbe B](#), et [Figure 10](#). Ces deux exemples montrent l'effet d'interférences sur l'addition d'étalon, et sur les substances présentes dans l'échantillon. Ces courbes ont été faites en reportant la quantité d'étalon ajoutée (mg/l) sur l'axe des X et la quantité trouvée (mg/l) sur l'axe Y comme illustré à la [Figure 10](#).

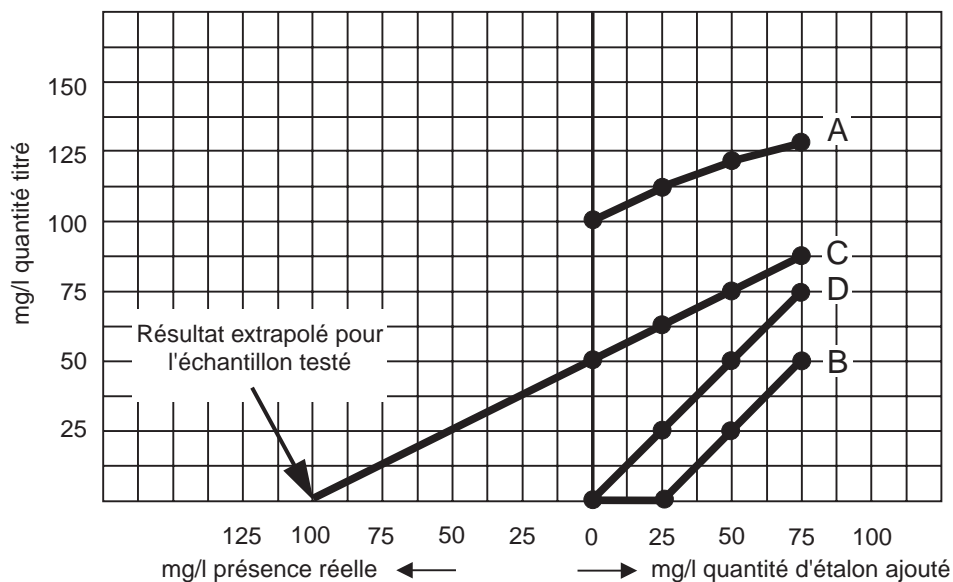
**Courbe A**

Volume total d'étalon ajouté (mg/l)	Nombre total d'unités utilisées	Quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)	Concentration totale trouvée (mg/l)
0	100	0	100
0,1	113	25	113
0,2	123	50	123
0,3	129	75	129

**Courbe B**

Volume total d'étalon ajouté (mg/l)	Nombre total d'unités utilisées	Quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)	Concentration totale trouvée (mg/l)
0	0	0	0
0,1	25	25	0
0,2	50	50	25
0,3	75	75	50

Figure 10 Représentation d'additions multiples d'étalon



Ces deux courbes montrent que les 4 points ne sont pas alignés. La courbe A montre une interférence qui devient progressivement plus importante au fur et à mesure que la concentration de l'étalon augmente. Ce type d'interférence est peu fréquent et peut en fait être provoqué par une erreur ou une mauvaise utilisation de la technique des réactifs ou de l'appareil. Il est recommandé d'effectuer la branche B pour vérifier s'il s'agit d'une interférence.

La courbe B montre une interférence chimique courante qui diminue ou même s'annule en augmentant la concentration de l'étalon. La courbe montre que le premier ajout a été consommé par l'interférence et que les additions suivantes ont donné l'augmentation correcte de 25 mg/l pour chaque ajout de 0,1 ml d'étalon. L'interférence apparente de l'exemple B pourrait également être due à une erreur de manipulation dans les additions et l'analyse doit être recommencée.

Les deux exemples illustrent des interférences chimiques qui signifient que le résultat de la première analyse est probablement faux. Lorsque ce type d'interférence est rencontré, rechercher dans le paragraphe «Interférences de la technique» les moyens d'éliminer l'interférence. Si cela n'est pas possible, il est recommandé d'essayer d'analyser l'échantillon avec une autre méthode utilisant une réaction chimique différente.

## Branche G

Des exemples d'augmentations non uniformes entre additions sur un échantillon sont ci-dessous par les [Courbe C](#) et [Courbe D](#). Ces courbes ont été faites en reportant la quantité d'étalon ajoutée (mg/l) sur l'axe des X et la quantité trouvée (mg/l) sur l'axe Y comme illustré à la [Figure 10](#).

**Courbe C**

Volume total d'étalon ajouté (mg/l)	Nombre total d'unités utilisées	Quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)	Concentration totale trouvée (mg/l)
0	50	0	50
0,1	63	25	63
0,2	75	50	75
0,3	88	75	88

La courbe C montre une interférence ayant un effet uniforme sur l'étalon et la substance présente dans l'échantillon. Les quatre points de repères forment une ligne droite, mais les augmentations du titrage entre les ajouts ne sont pas correctes. La ligne droite entre les ajouts peut être extrapolé en passant vers l'axe horizontal. Le point d'intersection de la ligne avec l'axe horizontal donne une évaluation plus précise de la concentration de la substance en question pour l'échantillon. Dans cet exemple, la première analyse a donné 50 mg/l. Le résultat obtenu graphiquement est beaucoup plus proche ou correspond exactement à la concentration réelle, c'est-à-dire 100 mg/l. D'autres interférences peuvent être présentes, ou c'est possible que les interférences ne soient pas uniformes dans tous les échantillons. L'utilisation d'une autre méthode qui n'est pas sujet à l'interférence, ou, l'élimination de l'interférence sont préférables à l'extrapolation ou l'utilisation du calcul du percent de reprise.

Les interférences apparentes peuvent également être causées par un défaut de l'appareil ou de l'étalon. Avant d'affirmer que l'interférence est d'origine chimique, vérifier la Branche B.

**Courbe D**

Volume total d'étalon ajouté (mg/l)	Nombre total d'unités utilisées	Quantité totale d'étalon ajouté (mg/l)	Concentration totale trouvée (mg/l)
0	0	0	0
0,1	25	25	25
0,2	50	50	50
0,3	75	75	75

La courbe D pose un problème à l'analyste. Les augmentations sont uniformes et la récupération des ajouts est complète. Le résultat de la première analyse est 0 mg/l et la courbe passe par l'origine. Si des espèces existent qui interfèrent, le niveau d'interférence peut être suffisant pour changer le résultat de l'échantillon, mais pas suffisant pour empêcher l'analyste de trouver des augmentations uniformes et pour finir la récupération des ajouts. Cette situation est en fait très rare, est les résultats sont probablement corrects à moins que les interférences peu communes ne soient possible. Voir le paragraphe "Interférences" dans chaque technique.

## **Branche H**

Vérifier le fonctionnement de l'appareil et des accessoires utilisés pour effectuer l'analyse. Vérifier que les volumes corrects d'échantillon et d'étalon ont été utilisés. Vérifier la verrerie utilisée en s'assurant qu'elle est scrupuleusement propre. Des pipettes et éprouvettes sales sont une source de contamination et ne fourniront pas les volumes corrects. La pipette TenSette Hach pour préparer les étalons et les étalons scellés dans les ampoules Voluette sont idéaux pour les ajouts d'étalon. Si un défaut est trouvé dans l'appareil et/ou les accessoires, répéter la Branche B après réparation ou remplacement. Si l'appareil et les accessoires sont corrects, passer à la branche I.

## **Branche I**

Après avoir démontré que la technique, les réactifs, l'appareillage sont corrects et en état de marche, la seule cause possible de résultats non conformes des additions d'étalons à l'eau déminéralisée réside dans la solution étalon utilisée. Se procurer un nouvel étalon et répéter la Branche B.

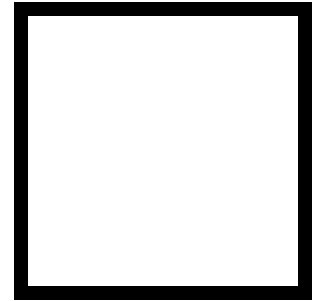
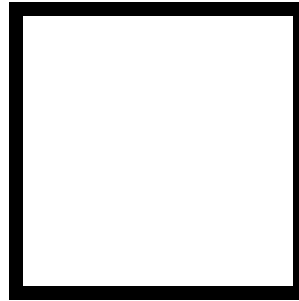
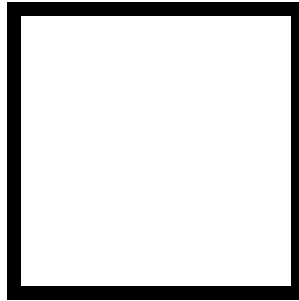
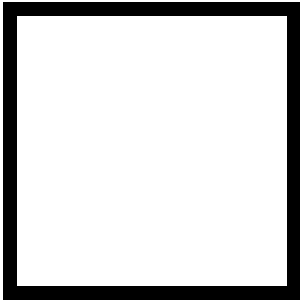
## **Branche J**

Si l'addition d'étalon a donné le résultat correct, l'analyste doit déterminer la présence d'interférences. En l'absence d'interférences, le résultat de l'analyse avant l'addition est correct. En présence d'interférences, passer à la Branche C.

Comme on peut le constater dans les exemples ci-dessus, l'une des aides les plus précieuses pour l'analyste est la connaissance de la composition de l'échantillon. Ceci ne signifie pas qu'il est nécessaire de connaître la composition exacte de l'échantillon avant de l'avoir analysé, mais que la connaissance des interférences possibles dans la méthode d'analyse est très importante et permet d'avoir une plus grande confiance dans l'exactitude des résultats. Lorsque les interférences sont connues, le paragraphe « Interférences » de chaque technique décrit le moyen de corriger de nombreuses interférences courantes.

Si le résultat correct est obtenu avec une addition d'étalon, est quand aucune espèce n'est présente qui interfère, la possibilité d'erreur dans les résultats de l'échantillon est très petite. Quelques sources d'erreur possibles qui ne sont pas révélées sont : la qualité de l'échantillon, la quantité de l'échantillon (à moins que l'échantillon et le volume d'échantillon utilisé ne soient égaux), et les détections non uniformes du point de virage.

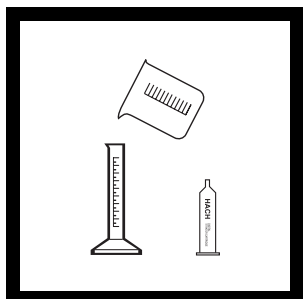






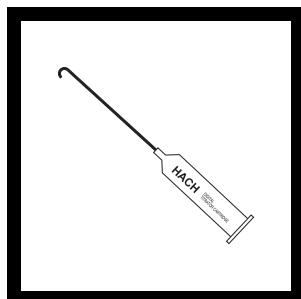


### Titration des acides à l'hydroxyde de sodium

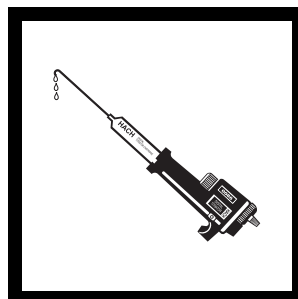


**1.** Dans le [Tableau 1 en page 35](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante correspondant à la concentration prévue d'acide en milliéquivalents (meq)/l ou normalité (N).

**Note :** Voir [Prélèvement et stockage en page 34](#).

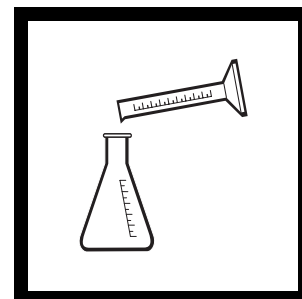


**2.** Fixer un capillaire propre sur la cartouche de solution d'hydroxyde de sodium choisie. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.

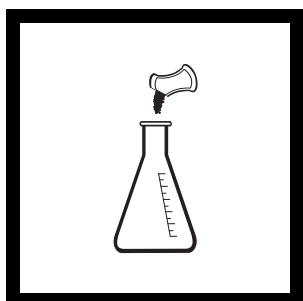


**3.** Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur *TitraStir*. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#), étape 4.

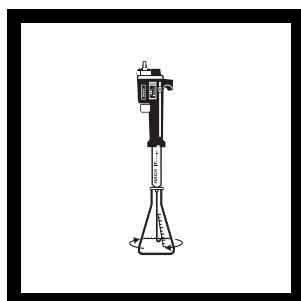


**4.** Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

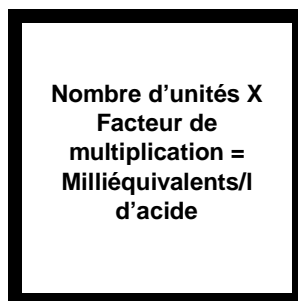


**5.** Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur phénolphthaléine et agiter pour mélanger. La solution doit être incolore.

**Note :** Quatre gouttes d'indicateur phénolphthaléine en solution peuvent être substituées à la phénolphthaléine en gélule.



**6.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à virage au rose pâle persistant au moins 30 secondes. Noter le nombre d'unités nécessaires.



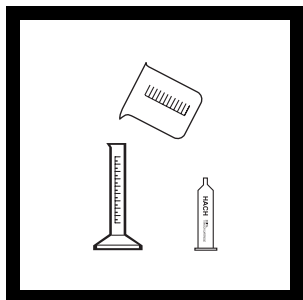
**Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
Milliéquivalents/l  
d'acide**

**7.** Calculer :

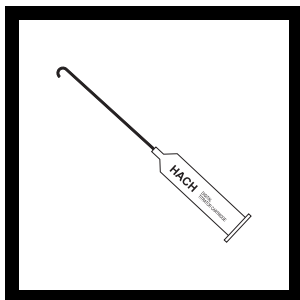
Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
Milliéquivalents/l d'acide.

**Note :** Pour déterminer la normalité de l'échantillon, diviser les milliéquivalents/litre obtenus par 1000.

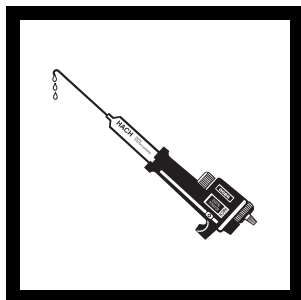
## Titration des bases à l'acide chlorhydrique ou sulfurique



1. Dans le [Tableau 1 en page 35](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante correspondant à la concentration prévue de base en milliéquivalents (meq)/l ou normalité (N).

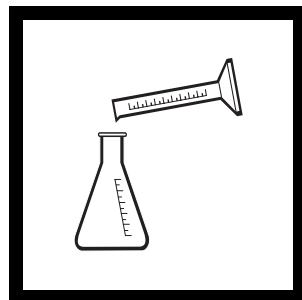


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche d'acide chlorhydrique ou sulfurique choisie. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#), pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

*Note :* Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#), étape 4.

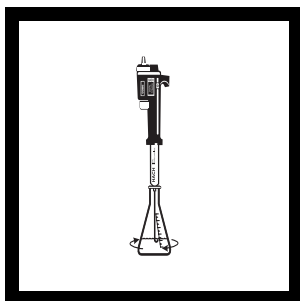


4. Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

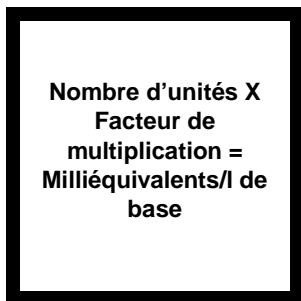


5. Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur phénolphthaléine et agiter pour mélanger. La solution doit avoir une couleur rose.

*Note :* Quatre gouttes d'indicateur phénolphthaléine en solution peuvent être substituées à la phénolphthaléine en gélule.



6. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'acide chlorhydrique ou sulfurique jusqu'à virage du rose à l'incolore. Noter le nombre d'unités nécessaires.



Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
Milliéquivalents/l de base

7. Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
Milliéquivalents/l de base.

*Note :* Pour déterminer la normalité de l'échantillon, diviser les milliéquivalents/litre obtenus par 1000.

## Prélèvement et stockage

Prélever les échantillons dans des flacons propres en plastique ou en verre. Remplir complètement et boucher soigneusement. Minimiser l'agitation ou l'exposition prolongée à l'air. Les échantillons peuvent être stockés au moins 24 heures en les refroidissant à 4°C ou au-dessous s'ils ne peuvent être analysés immédiatement. Réchauffer à température ambiante avant l'analyse.

Tableau 1

Gamme Meq/l	N	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche	N° Référence	Facteur multiplication
1-4	0,001-0,004	100	1,6N NaOH 1,6 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	14379-01 14389-01	0,02
4-10	0,044-0,01	50	1,6 N NaOH 1,6 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	14379-01 14389-01	0,04
10-40	0,01-0,04	100	8 N NaOH 8 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	0,1
20-80	0,02-0,08	50	8 N NaOH 8 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	0,2
50-200	0,05-0,2	20	8 N NaOH 8 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	0,5
100-400	0,1-0,4	10	8 N NaOH 8 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	1,0
200-800	0,2-0,8	5	8 N NaOH 8 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	2,0
500-2000	0,5-2	2	8 N NaOH 8 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	5,0
1000-4000	1-4	1	8 N NaOH 8 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	10,0

## Vérification d'exactitude

Avec une pipette propre classe A à 20.00 ml, transférer 20.00 ml de 0.100 N solution d'étalon NaOH (pour la détermination de base) ou 20.00 ml 0.100 N solution d'étalon acide sulfurique (pour la détermination de l'acide) dans une fiole propre Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée.

Suivre la technique pour la détermination de base en utilisant une cartouche de titrage 8.00 N HCl ou H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, ou, pour la détermination de l'acide en utilisant une cartouche de titrage 8.00 N NaOH. Environ 200 unités de la titrante devrait être nécessaire.

## Interférences

Les échantillons fortement colorés ou troublés peuvent masquer le virage de l'indicateur. Utiliser un pH-mètre pour ces échantillons.

## Principe de la méthode

Une quantité mesurée d'échantillon est traitée avec un indicateur coloré puis titrée avec un acide fort ou une base forte. La quantité de titrant utilisée est directement proportionnelle aux milliéquivalents d'acide ou de base dans l'échantillon. Ces titrages peuvent aussi être effectués en utilisant un pH-mètre à la place de l'indicateur coloré. Dans ce cas, titrer à pH 7 ou au pH requis.

# ACIDE-BASE

---

## Réactifs nécessaires

(varient avec les caractéristiques de l'échantillon)

Réf. n°	Désignation	Unité
	Kit de Réactifs Acide (environ 100 essais)	
24459-00	<b>1-10 meq/L</b> contenant: (1) 942-99, (1) 14379-01	
24460-00	<b>10-4,000 meq/L</b> contenant: (1) 942-99, (1) 14381-01	
Réf. n°	Désignation	Unité
14390-01	Cartouche acide chlorhydrique 8,00 N.....	1
14391-01	Cartouche acide sulfurique 8,00 N.....	1
14389-01	Cartouche acide sulfurique 1,600 N.....	1
14381-01	Cartouche sodium hydroxyde 8,00 N.....	1
14379-01	Cartouche sodium hydroxyde 1,600 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
942-99	Indicateur phénolphtaléine en gélules.....	paq. 100

## Appareillage nécessaire

505-46	Fliale, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
508-37	Eprouvette graduée, 5 ml .....	1
508-38	Eprouvette graduée, 10 ml .....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml .....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml .....	1
508-42	Eprouvette graduée, 100 ml .....	1

## Réactifs optionnels

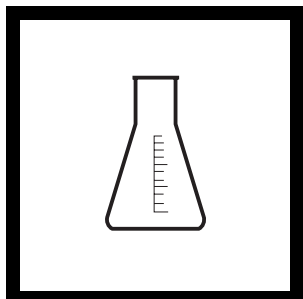
202-53	Acide sulfurique solution 0,100 N.....	1000 ml*
162-32	Indicateur phénolphtaléine, solution 5 g/l.....	100 ml*
191-53	Sodium hydroxyde solution 0,100 N.....	1000 ml

## Appareillage optionnel

17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90" pour TitraStir™ .....	paq. 5
21846-00	Déminéralisateur, 473 ml .....	1
326-00	Noix de serrage .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
14515-35	Pipette jaugée, classe A, 1 ml .....	1
14515-36	Pipette jaugée, classe A, 2 ml .....	1
14515-37	Pipette jaugée, classe A, 5 ml .....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml .....	1
14515-20	Pipette jaugée, classe A, 20 ml .....	1
14515-41	Pipette jaugée, classe A, 50 ml .....	1
14515-42	Pipette jaugée, classe A, 100 ml .....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V .....	1

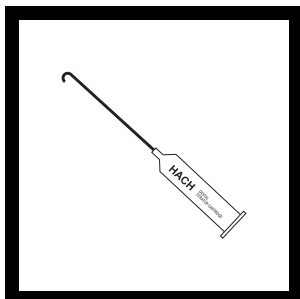
---

\* Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.

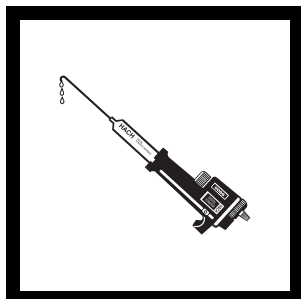


1. Distiller l'échantillon et recueillir 150 ml de distillat.

**Note :** Utiliser la technique Acides Volatils, distillation de l'échantillon, accompagnant l'ensemble de verrerie d'usage général pour distillateur ou la technique de distillation décrite dans «Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater ».

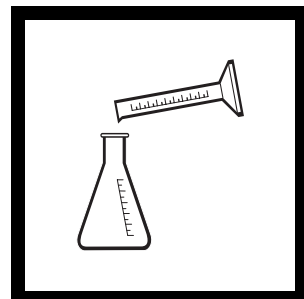


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche d'hydroxyde de sodium 0,9274 N. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir chapitre 1.2 en page 11, pour des instructions d'assemblage si nécessaire.

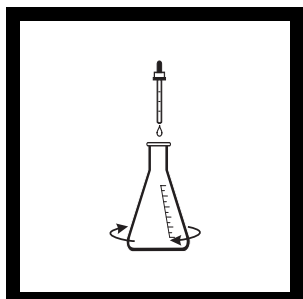


3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

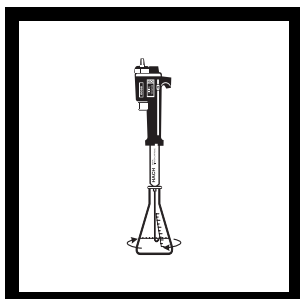
**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir chapitre 1.2 en page 11.



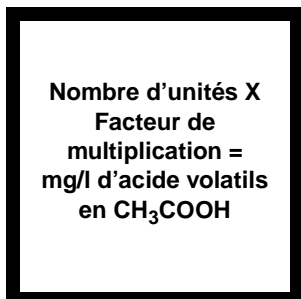
4. Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante de distillat correspondant à la concentration prévue d'acides volatils en acide acétique. Au moyen d'une éprouvette graduée, mesurer le volume de distillat sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 150 ml avec de l'eau désionisée.



5. Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur phénolphaléine et agiter pour mélanger.



6. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à virage au rose. Noter le nombre d'unités nécessaires.



Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l d'acide volatils  
en CH<sub>3</sub>COOH

7. Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l d'acide volatils en  
CH<sub>3</sub>COOH.

**Note :** Environ 70 % des acides volatils de l'échantillon seront présents dans le distillat. Le calcul tient compte de cette proportion.

Tableau 1

Gamme (mg/l en CH <sub>3</sub> COOH)	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche NaOH N	N° Référence	Facteur de multiplication
100-400	150	0,9274	14842-01	1
200-800	75	0,9274	14842-01	2
600-2400	25	0,9274	14842-01	6

## Principe de la methode

Un échantillon acidifié à l'acide sulfurique est distillé et le distillat est titré par une solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à virage de la phénolphtaléine.

---

### Réactifs nécessaires

Réf. n°	Désignation
24602-00	Kit de réactifs Acides Volatils (environ 100 essais) Contenant : (1) 942-99, (1) 14842-01

Réf. n°	Désignation	Unité
14842-01	Cartouche sodium hydroxyde 0,9274 N.....	1
272-17	Eau désionisée.....	4 l
942-99	Indicateur phénolphtaléine en gélules.....	paq. 100

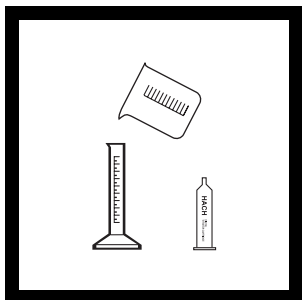
### Appareillage nécessaire

508-46	Eprouvette graduée, 250 ml.....	1
505-46	Fiole, Erlenmeyer, 250 ml.....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1

### Appareillage optionnel

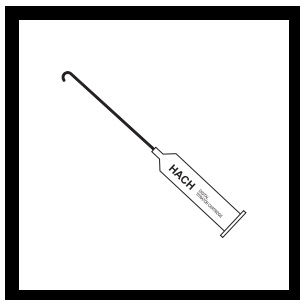
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits.....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir.....	paq. 5
22744-02	Chauffe-ballon/Agitateur avec support, 230 V.....	1
22744-00	Chauffe-ballon/Agitateur avec support, 115 V.....	1
22653-00	Distillateur d'usage général.....	1
326-00	Noix de serrage.....	1
21145-00	Pince pour montage.....	1
22708-00	<i>Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater</i> , 19th ed.....	1
563-00	Statif de laboratoire.....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V.....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V.....	1

#### Acidité forte (au methyl-orange)

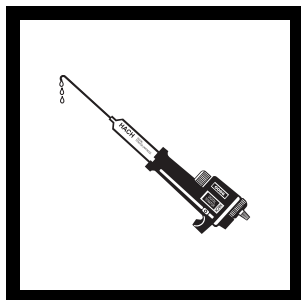


**1.** Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante d'hydroxyde de sodium (NaOH) correspondant à la concentration prévue d'acidité forte en mg/l de carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>).

**Note :** Voir [Prélèvement et stockage en page 40](#).

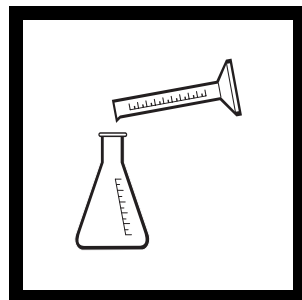


**2.** Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#), pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



**3.** Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur *TitraStir*. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



**4.** Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

**Note :** Minimiser l'agitation pour éviter les erreurs dues à la perte de gaz dissous dans l'échantillon tels que gaz carbonique, hydrogène sulfuré et ammoniac.

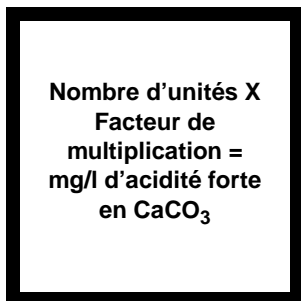


**5.** Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur bleu de bromophénol et agiter pour mélanger.



**6.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à virage du jaune au vert pur (pH 3,7). Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Note :** Pour se familiariser avec la couleur du point de virage, il est recommandé de réaliser un témoin de comparaison en préparant une solution d'une gélule de tampon pH 3,7 et d'une gélule d'indicateur bleu de bromophénol dans 50 mL d'eau désionisée.



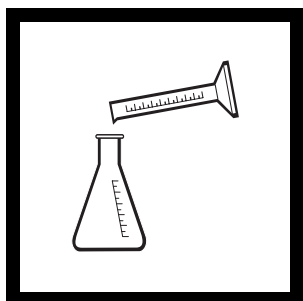
**7.** Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l d'acidité forte en  
CaCO<sub>3</sub>.

Tableau 1

Gamme (mg/l en CaCO <sub>3</sub> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche NaOH N	N° Référence	Facteur de multiplication
10-40	100	0,1600	14377-01	0,1
40-160	25	0,1600	14377-01	0,4
100-400	100	1,600	14379-01	1,0
200-800	50	1,600	14379-01	2,0
500-2000	20	1,600	14379-01	5,0
1000-4000	10	1,600	14379-01	10,0

## Acidité totale (à la phenolphtaléine)

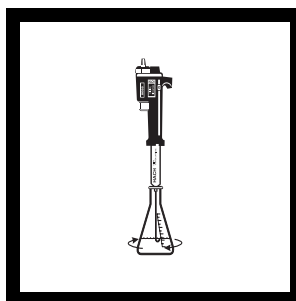


**1.** Dans un Erlenmeyer propre, mesurer un second volume de l'échantillon, sélectionné dans le [Tableau 1](#). Diluer à environ 100 ml à l'eau désionisée.



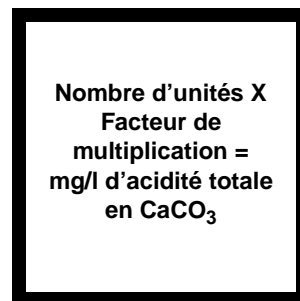
**2.** Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur phénolphtaléine et agiter pour mélanger. La solution doit être incolore.

**Note :** *Quatre gouttes d'indicateur phénolphtaléine en solution peuvent être substituées à la phénolphtaléine en gélule.*



**3.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à virage au rose pâle persistant au moins 30 secondes. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Note :** *Pour se familiariser avec la couleur du point de virage, il est recommandé de réaliser un témoin de comparaison, en préparant une solution d'une gélule de tampon pH 8,3 et d'une gélule d'indicateur phénolphtaléine dans 50ml d'eau désionisée.*



**4.** Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l d'acidité totale en  
CaCO<sub>3</sub>.

## Prélèvement et stockage

Prélever les échantillons dans des flacons propres en plastique ou en verre. Remplir complètement et boucher soigneusement. Minimiser l'agitation ou l'exposition prolongée à l'air. Les échantillons peuvent être stockés au moins 24 heures en les refroidissant à 4°C ou au-dessous s'ils ne peuvent être analysés immédiatement. Réchauffer à température ambiante avant l'analyse.



## Vérification d'exactitude

### (Méthode d'addition d'étalon)

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon acidité 0,500 N.
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,1 ml d'étalon à l'échantillon titré à l'étape 6 pour l'acidité forte ou à l'étape 3 pour l'acidité totale. Reprendre le titrage jusqu'au même point de virage. Noter le nombre d'unités nécessaires.
3. Répéter avec deux additions supplémentaires de 0,1 ml. Titrer jusqu'au point de virage après chaque addition.
4. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter 25 unités de titrant 1,600 N ou 250 unités de titrant 0,1600 N. Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Interférences

Les échantillons fortement colorés ou troublés peuvent masquer le changement de couleur au point de virage. Utiliser un pH-mètre pour ces échantillons.

Le chlore peut interférer avec les indicateurs. Ajouter une goutte de thiosulfate de sodium 0,1 N pour éliminer cet effet.

Pour déterminer l'acidité totale d'échantillons contenant des métaux hydrolysables tels que le fer, le manganèse ou l'aluminium, utiliser la technique suivante :

- a. Ajuster le pH de l'échantillon à l'étape 1 de l'acidité totale à pH 4,0 ou moins (si nécessaire) en utilisant le titrimètre digital avec une cartouche d'acide de même concentration que la cartouche de solution d'hydroxyde de sodium utilisée. Noter le nombre d'unités d'acide ajouté pour abaisser le pH.
- b. Ajouter 5 gouttes de solution d'eau oxygénée à 30% et faire bouillir la solution pendant 2 à 5 minutes.
- c. Refroidir à température ambiante. Titrer en suivant les étapes 2 et 3 de la technique Acidité totale. Soustraire le nombre d'unités d'acide ajoutées pour abaisser le pH du nombre d'unités nécessaires à l'étape 3 de la technique d'acidité totale. Continuer avec l'étape 4.

## Principe de la méthode

Les indicateurs bleu de bromophénol (pH 3,7) ou phénolphtaléine (pH 8,3) sont utilisés pour titrer l'échantillon avec l'hydroxyde de sodium jusqu'au virage de l'indicateur. Comme le bleu de bromophénol donne un meilleur virage, il est utilisé à la place de l'indicateur méthyl-orange. Le titrage à pH 3,7 détermine l'acidité minérale forte (acidité forte ou acidité au méthyl-orange), alors que le point de virage à pH 8,3 détermine aussi les autres acides plus faibles et représente l'acidité totale. Les résultats sont exprimés en mg/l de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) à un pH spécifié.

# ACIDITE, Forte et Totale

---

## Réactifs nécessaires

(varient avec les caractéristiques de l'échantillon)

Réf. n°	Désignation
22728-00	Kit de réactifs acidité (environ 100 essais) Contenant : (1) 14550-99, (1) 942-99, (1) 14377-01, (1) 14379-01

Réf. n°	Désignation	Unité
14377-01	Cartouche sodium hydroxyde 0,1600 N.....	1
14379-01	Cartouche sodium hydroxyde 1,600 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
14550-99	Indicateur bleu de bromophénol en gélules .....	paq. 100
942-99	Indicateur phénolphtaléine en gélules.....	paq. 100

## Appareillage nécessaire

505-46	Fliale, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
508-38	Eprouvette graduée, 10 ml .....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml .....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml .....	1
508-42	Eprouvette graduée, 100 ml .....	1

## Réactifs optionnels

144-45	Eau oxygénée solution 30 %.....	200 ml
14552-37	Indicateur bleu de bromophénol solution .....	100 ml CGG
162-32	Indicateur phénolphtaléine solution.....	100 ml* CGG
323-32	Sodium thiosulfate solution 0,1 N.....	100 ml* CGG
14551-68	Tampon pH 3,7 en gélules .....	paq. 25
898-68	Tampon pH 8,3 en gélules .....	paq. 25
14330-10	Voluette-étalon acidité 0,500 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 10ml .....	paq. 16

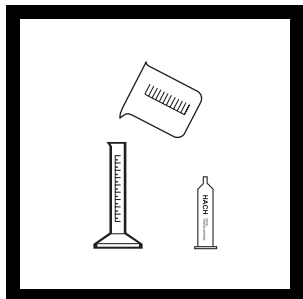
## Appareillage optionnel

17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir™.....	paq. 5
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml .....	paq. 50
326-00	Noix de serrage.....	1
51700-10	pH-mètre <i>sension1</i> portatif .....	1
12067-02	Plaque chauffante circulaire 10 cm, 230 V.....	1
12067-01	Plaque chauffante circulaire 10 cm, 115 V.....	1
21145-00	Pince pour montage.....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml.....	1
14515-20	Pipette jaugée, classe A, 20 ml.....	1
14515-40	Pipette jaugée, classe A, 25 ml.....	1
14515-41	Pipette jaugée, classe A, 50 ml.....	1
14515-42	Pipette jaugée, classe A, 100 ml.....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml.....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
14651-00	Poire à pipetter.....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir™, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir™, agitateur / statif 115 V .....	1
48600-22	Electrode pH HachOne combinaison, avec température .....	1
21968-00	Kit briseur d'ampoule Voluette .....	1

\* Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.

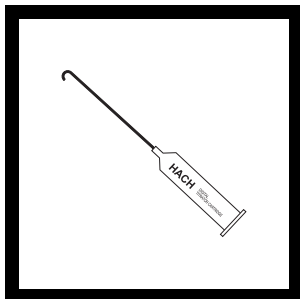
## Methode 8203

## Phenolphthalein and Total Method (10 - 4000 mg/l comme CaCO<sub>3</sub>)

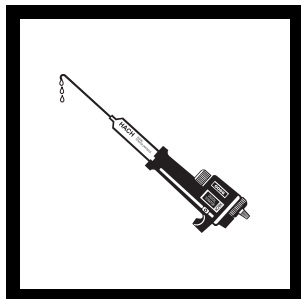


1. Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) correspondant à la concentration prévue d'alcalinité en mg/l de carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>).

**Note :** Voir [Prélèvement et stockage](#) en page 45.

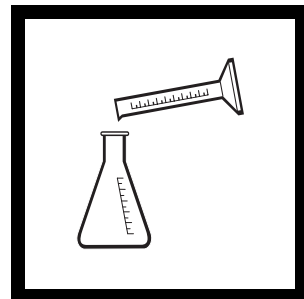


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2](#) en page 11 pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2](#) en page 11.



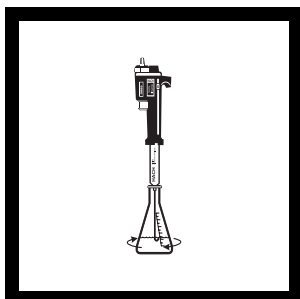
4. Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.



5. Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur phénolphthaléine et agiter pour mélanger.

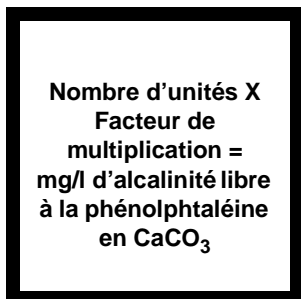
**Note :** Pour se familiariser avec la couleur du point de virage, il est recommandé de réaliser un témoin de comparaison, en préparant une solution d'une gélule de tampon pH 8,3 et d'une gélule d'indicateur phénolphthaléine dans 50 ml d'eau désionisée.

**Note :** Quatre gouttes d'indicateur phénolphthaléine en solution peuvent être substituées à la phénolphthaléine en gélule.



6. Si la solution vire au rose, placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'acide sulfurique. Titrer jusqu'à virage du rose à l'incolore. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Note :** L'alcalinité libre (à la phénolphthaléine) est égale à zéro si la solution est incolore. Passer à l'étape 8.



Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l d'alcalinité libre  
à la phénolphthaléine  
en CaCO<sub>3</sub>

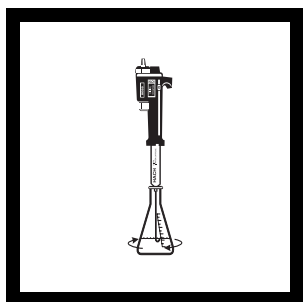
7. Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l d'alcalinité libre à la  
phénolphthaléine en CaCO<sub>3</sub>.



8. Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur vert de bromocrésol rouge de méthyle à la fiole et agiter pour mélanger.

**Note :** Quatre gouttes de solution d'indicateur vert de bromocrésol-rouge de méthyle peuvent être utilisées à la place de l'indicateur en gélule. Titrer jusqu'à virage du vert au gris (pH 5,1).



Nombre total  
d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l d'alcalinité  
(libre ou totale)  
en CaCO<sub>3</sub>

**9.** Continuer à titrer avec l'acide sulfurique jusqu'à virage au gris-bleu verdâtre (pH 5,1), au gris-violet pâle (pH 4,8) ou au rose pâle (pH 4,5) selon la composition de l'échantillon ; voir [Tableau 2](#). Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Note :** Une solution d'une gélule d'indicateur vert de bromocrésol-rouge de méthyle et une gélule de tampon pH appropriée dans 50 ml de l'eau désionisée est recommandé pour comparer et pour déterminer la bonne coloration du point de virage de l'indicateur. Si le point de virage à pH 3,7 est utilisé, remplacer l'indicateur vert de bromophénol-rouge de méthyle par le bleu de bromophénol et titrer jusqu'à virage au vert.

**10.** Calculer :

Nombre total d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l d'alcalinité (libre ou  
totale) en CaCO<sub>3</sub>.

**Note :** Les concentrations des carbonates, bicarbonates et hydroxydes peuvent être exprimées individuellement en utilisant les équations du [Tableau 3](#).

**Note :** meq/l Alcalinite =  
mg/l comme CaCO<sub>3</sub> ÷ 50.

Tableau 1

Gamme (mg/l en CaCO <sub>3</sub> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> N	N° Référence	Facteur de multiplication
10-40	100	0,1600	14388-01	0,1
40-160	25	0,1600	14388-01	0,4
400-400	100	1,600	14389-01	1,0
200-800	50	1,600	14389-01	2,0
500- 2000	20	1,600	14389-01	5,0
1000-4000	10	1,600	14389-01	10,0

Tableau 2

Composition de l'échantillon	Point de virage
Alcalinité voisine de 30 mg/l	pH 4,9
Alcalinité voisine de 150 mg/l	pH 4,6
Alcalinité voisine de 500 mg/l	pH 4,3
Présence de silicate ou phosphates	pH 4,3
Effluent industriel ou système complexe	pH 4,5

## Prélèvement et stockage

Prélever les échantillons dans des flacons propres en plastique ou en verre. Remplir complètement et boucher soigneusement. Minimiser l'agitation ou l'exposition prolongée à l'air. Les échantillons peuvent être stockés au moins 24 heures en les refroidissant à 4°C ou au-dessous s'ils ne peuvent être analysés immédiatement. Réchauffer à température ambiante avant l'analyse.

## Relations entre Alcalinités

L'alcalinité totale comprend surtout les alcalinités hydroxydes, carbonates et bicarbonates. La concentration de ces alcalinités dans un échantillon peut être déterminé lorsque les alcalinités phénolphtaléines et totaux sont connues (voir [Tableau 3](#)).

**Tableau 3**

Résultat du titrage	Alcalinité des hydroxydes	Alcalinité des carbonates	Alcalinité des bicarbonates
Alcalinité libre = 0	0	0	Egale à l'alcalinité totale
Alcalinité libre inférieure à $\frac{1}{2}$ alcalinité totale	0	2 fois l'alcalinité libre	Alcalinité totale moins 2 fois l'alcalinité libre
Alcalinité libre égale à $\frac{1}{2}$ alcalinité totale	0	2 fois l'alcalinité libre	0
Alcalinité libre supérieure à $\frac{1}{2}$ alcalinité totale	2 fois l'alcalinité libre moins l'alcalinité totale	2 fois la différence entre l'alcalinité totale et l'alcalinité libre	0
Alcalinité libre égale à l'alcalinité totale	Egale à l'alcalinité totale	0	0

**Pour utiliser la table, procéder comme suit:**

- a. L'alcalinité de la phénolphtaléine, est-elle égale à zéro ? Si oui, utiliser la ligne 1.
- b. L'alcalinité de la phénolphtaléine, est-elle égale à l'alcalinité totale ? Si oui, utiliser la ligne 2.
- c. Multiplier l'alcalinité de la phénolphtaléine par 2.
- d. Selon le résultat de la comparaison entre le résultat de l'étape c et l'alcalinité totale, sélectionner la ligne 3, 4 ou 5.
- e. Effectuer les calculs nécessaires, le cas échéant.
- f. Vérifier les résultats. La somme des trois types d'alcalinité sera égale à l'alcalinité totale.

**Exemple:**

Un échantillon a 170 mg/l de l'alcalinité phénolphtaléine  $\text{CaCO}_3$  et 250 mg/l de l'alcalinité totale  $\text{CaCO}_3$ . Quelle est la concentration des alcalinités hydroxydes, carbonates, et bicarbonates ?

L'alcalinité de la phénolphtaléine n'est pas égale à zéro (170 mg/l), voir étape a.

L'alcalinité de la phénolphtaléine n'est pas égale à l'alcalinité totale (170 mg/l contre 250 mg/l), voir étape b.

L'alcalinité de la phénolphtaléine multipliée par 2 est égale à 340 mg/l, voir étape c.

Comme 340 mg/l est supérieur à 250 mg/l, sélectionner la ligne 5, voir étape d.

L'alcalinité des hydroxydes est égale à : (voir étape e)  
 $340 - 250 = 90$  mg/l l'alcalinité des hydroxydes

L'alcalinité des carbonates est égale à :  
 $250 - 170 = 80$   
 $80 \times 2 = 160$  mg/l l'alcalinité des carbonates

L'alcalinité des carbonates est égale à 0 mg/l.

Vérifier : (voir étape f).  
 $90$  mg/l de l'alcalinité des hydroxydes +  $160$  mg/l de l'alcalinité des carbonates +  $0$  mg/l de l'alcalinité des bicarbonates =  $250$  mg/l.

La réponse ci-dessus est correcte ; la somme de chaque type est égale à l'alcalinité totale.

## Vérification d'exactitude

**(Méthode d'addition d'étalon)**

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon alcalinité 0,500 N.
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,1 ml d'étalon à l'échantillon titré, aux étapes 6 ou 9. Reprendre le titrage jusqu'au même point de virage. Noter le nombre d'unités nécessaires.
3. Répéter avec deux additions supplémentaires de 0,1 ml. Titrer jusqu'au point de virage après chaque addition.
4. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter 25 unités de titrant 1,600 N ou 250 unités de titrant 0,1600 N. Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Interférences

Les échantillons fortement colorés ou troublés peuvent masquer le changement de couleur au point de virage. Utiliser un pH-mètre pour ces échantillons.

Le chlore peut interférer avec les indicateurs. Ajouter une goutte de thiosulfate de sodium 0,1 N pour éliminer cet effet.

## Principe de la méthode

L'échantillon est titré à l'acide sulfurique jusqu'à virage de l'indicateur correspondant à un pH donné. L'alcalinité fibre est déterminée par titrage à pH 8,3, mis en évidence par la décoloration de la phénolphtaléine et indique la totalité des hydroxydes et la moitié des carbonates présents. L'alcalinité totale est déterminée par titrage à un pH entre 3,7 et 5,1 et inclut tous les carbonates, bicarbonates et hydroxydes.

### Réactifs nécessaires

(varient selon les caractéristiques de l'échantillon)

Réf. n°	Désignation
22719-00	Kit de réactifs (environ 100 essais) Contenant : (1) 943-99, (1) 942-99, (1) 14389-01, (1) 14388-01

Réf. n°	Désignation	Unité
14389-01	Cartouche acide sulfurique 1,600 N.....	1
14388-01	Cartouche acide sulfurique 0,1600 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
942-99	Indicateur phénolphtaléine en gélules.....	paq. 100
943-99	Indicateur vert de bromocrésol-rouge de méthyle en gélules .....	paq. 100

### Appareillage nécessaire

505-46	Fiole, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
508-38	Eprouvette graduée, 10 ml.....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml.....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml.....	1
508-42	Eprouvette graduée, 100 ml.....	1

### Réactifs optionnels

14550-99	Indicateur bleu de bromophénol en gélules .....	paq. 100
14552-32	Indicateur bleu de bromophénol solution .....	100 ml CGG
23292-32	Indicateur vert de bromocrésol-rouge de méthyle en solution .....	100 ml CGG
162-32	Indicateur phénolphtaléine solution 5 g/l.....	100 ml CGG*
323-32	Sodium thiosulfate 0,1 N .....	100 ml CGG
14551-68	Tampon pH 3,7 en gélules .....	paq. 25
895-68	Tampon pH 4,5 en gélules .....	paq. 25
896-68	Tampon pH 4,8 en gélules .....	paq. 25
897-68	Tampon pH 5,1 en gélules .....	paq. 25
898-68	Tampon pH 8,3 en gélules .....	paq. 25
14278-10	Voluette étalon alcalinité 0,500 N CaCO <sub>3</sub> , 10 mL.....	paq.16
21934-32	Indicateur violet de méthyle en solution .....	100 ml CGG

\* Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.

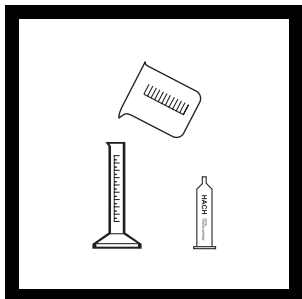
## Appareillage optionnel

Réf. n°	Désignation	Unité
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir .....	paq. 5
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml .....	paq. 50
326-00	Noix de serrage .....	1
43800-00	pH-mètre <i>sensio</i> <b>n1</b> portatif .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml .....	1
14515-20	Pipette jaugée, classe A, 20 ml .....	1
14515-40	Pipette jaugée, classe A, 25 ml .....	1
14515-41	Pipette jaugée, classe A, 50 ml .....	1
14515-42	Pipette jaugée, classe A, 100 ml .....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml .....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
14651-00	Poire à pipetter .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V .....	1
48600-22	Electrode pH HachOne combinaison, avec température .....	1
21968-00	Kit briseur d'ampoule Voluette .....	1



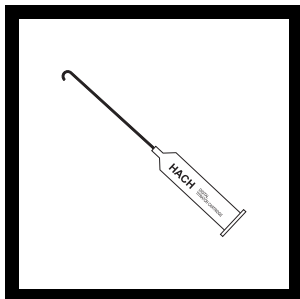
## Methode 8205

## Technique utilisant l'hydroxyde de sodium (10 - 4000 mg/l as CO<sub>2</sub>)

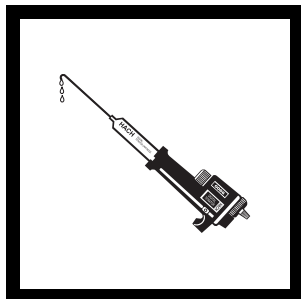


1. Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante d'hydroxyde de sodium (NaOH) correspondant à la concentration prévue de gaz carbonique (CO<sub>2</sub>).

**Note :** Voir [Prélèvement et stockage](#) en page 50.

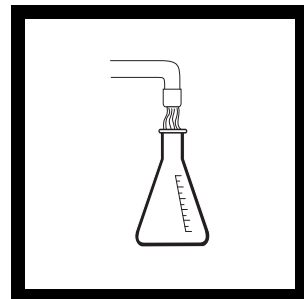


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2](#) en page 11 pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convection, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2](#) en page 11.



4. Prélever l'échantillon directement dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml, en la remplissant jusqu'au trait approprié. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

**Note :** Minimiser l'agitation pour éviter la perte de CO<sub>2</sub>.

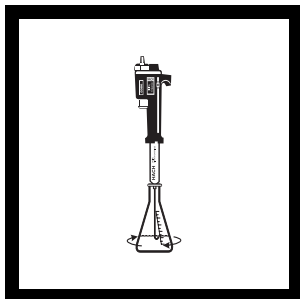
**Note :** Pour des résultats plus exacts, vérifier le jaugage de la fiole Erlenmeyer en mesurant le volume approprié dans une éprouvette. Marquer le volume sur la fiole avec un marqueur permanent.



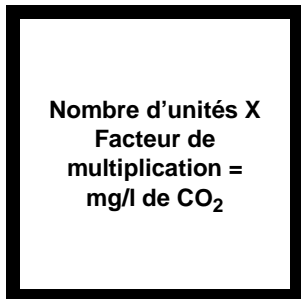
5. Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur phénolphthaléine et agiter pour mélanger.

**Note :** Quatre gouttes d'indicateur phénolphthaléine en solution peuvent être substituées à la phénolphthaléine en gélule.

**Note :** Si la solution devient rose, il n'y a pas de gaz carbonique présent.



6. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole doucement tout en titrant avec la solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à virage de l'incolore au rose pâle persistant au moins 30 secondes. Noter le nombre d'unités nécessaires.



Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l de CO<sub>2</sub>

7. 7. Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l de CO<sub>2</sub>.

Tableau 1

Gamme (mg/l en CO <sub>2</sub> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche NaOH N	N° Référence	Facteur de multiplication
10-50	200	0,3636	14378-01	0,1
20-100	100	0,3636	14378-01	0,2
100-400	200	3,636	14380-01	1,0
200-1000	100	3,636	14380-01	2,0

## Prélèvement et stockage

Prélever les échantillons dans des flacons propres en plastique ou en verre. Remplir complètement et boucher soigneusement. Minimiser l'agitation ou l'exposition prolongée à l'air. Les échantillons peuvent être stockés au moins 24 heures en les refroidissant à 4°C ou au-dessous s'ils ne peuvent être analysés immédiatement. Réchauffer à température ambiante avant l'analyse.

## Vérification d'exactitude

### Méthode d'addition d'étalon

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon de CO<sub>2</sub> à 10.000 mg/l de CO<sub>2</sub>.
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,1 ml d'étalon à l'échantillon titré à l'étape 6. Reprendre le titrage jusqu'au même point de virage. Noter le nombre d'unités nécessaires.
3. Répéter avec deux additions supplémentaires de 0,1 ml. Titrer jusqu'au point de virage après chaque addition.
4. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter 50 unités de titrant 0,3636 ou 5 unités de titrant 3,636 N. Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Interférences

Les autres composés acides dans l'échantillon sont titrés et interfèrent directement dans ce titrage.

Le titre des solutions titrées d'hydroxyde de sodium tend à diminuer dans le temps. Il doit être vérifié périodiquement en titrant un étalon connu. Vérifier la solution fréquemment (mensuellement) en titrant 50 ml de solution étalon potassium phtalate acide, 100 mg/l CO<sub>2</sub>, utilisant l'indicateur phénolphtaléine en solution. Le titrage devrait exiger 5.00 ml de la solution titrante. Si le volume requis pour le titrage est plus de 5.25 ml, jeter l'hydroxyde de sodium et le remplacer avec une provision fraîche.

## Principe de la méthode

L'acidité due au gaz carbonique dans un échantillon est tirée par l'hydroxyde de sodium jusqu'à virage de la phénolphtaléine. Les acides minéraux forts sont présumés absents ou en concentration insignifiante.

## Réactifs nécessaires

(varient selon les caractéristiques de l'échantillon)

Réf. n°	Désignation
22727-00	Kit de réactifs gaz carbonique (environ 100 essais) Contenant : (1) 942-99, (1) 14378-01, (1) 14380-01.

Réf. n°	Désignation	Unité
14378-01	Cartouche sodium hydroxyde 0,3636 N.....	1
14380-01	Cartouche sodium hydroxyde 0,636 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
942-99	Indicateur phénolphtaléine en gélules.....	paq. 100

## Appareillage nécessaire

16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
505-46	Fiole, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
505-43	Fiole, Erlenmeyer, 125 ml .....	1

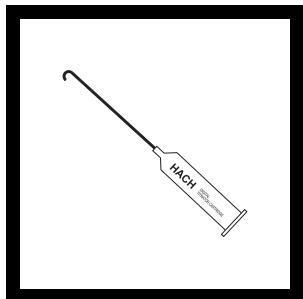
## Réactifs optionnels

162-33	Indicateur phénolphtaléine solution, 5 g/l.....	100 ml CGG*
2261-42	Potassium phtalate acide, solution 100 mg/l en CO <sub>2</sub> .....	100 ml
1885-49	Potassium phtalate acide, solution 400 mg/l en CO <sub>2</sub> .....	500 ml
14275-10	Voluette étalon CO <sub>2</sub> , 10.000 mg/l, 10 ml.....	paq. 16

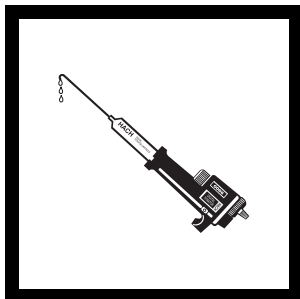
## Appareillage optionnel

17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir .....	paq. 5
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml.....	paq. 50
326-00	Noix de serrage.....	1
51700-10	pH-mètre <i>sension1</i> portatif .....	1
21145-00	Pince pour montage.....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml.....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V.....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V.....	1
14651-00	Poire à pipetter .....	1
21968-00	Kit briseur d'ampoule Voluette.....	1

\* Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.

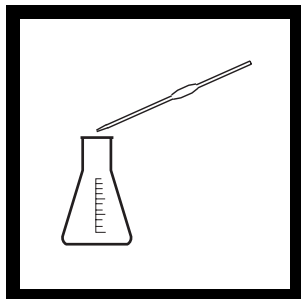


**1.** Fixer un capillaire propre sur une cartouche de sulfate fer (II) d'éthylenediammonium (FEAS) 0,0056 N. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



**2.** Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



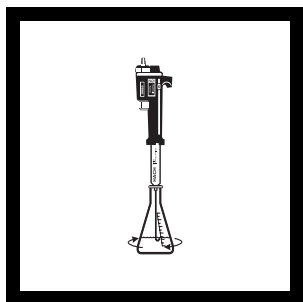
**3.** Pipetter 25,0 ml d'échantillon et le transférer dans une fiole Erlenmeyer de 50 ml.



**4.** Ajouter le contenu d'une gélule de réactif DPD chlore libre à l'échantillon et agiter pour mélanger.

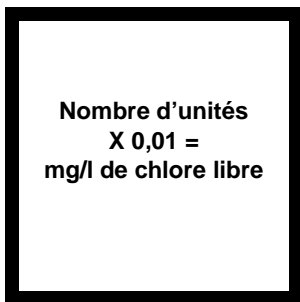
**Note :** L'exactitude n'est pas affectée si une petite partie de la poudre n'est pas dissoute.

**Note :** Voir [Prélèvement et stockage en page 53](#).

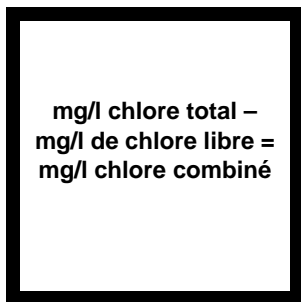


**5.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant immédiatement avec la solution de sel ferreux jusqu'à virage du rouge à l'incolore. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Note :** Effectuer le titrage rapidement.



**6.** Calculer :  
Nombre d'unités X 0,01 =  
mg/l de chlore libre



**7.** Pour déterminer le chlore total, sur un échantillon d'eau, utiliser la même technique en remplaçant à l'étape 4, le réactif DPD chlore libre par le réactif DPD chlore total et en attendant 3 minutes avant de titrer. Le résultat sera exprimé en mg/l de chlore total.

mg/l chlore total –  
mg/l de chlore libre =  
mg/l chlore combiné

## Prélèvement et stockage

Le chlore dans l'eau peut se dissiper facilement. Le titrage doit être effectué immédiatement après le prélèvement, éviter un excès de lumière et d'agitation. Ne pas stocker les échantillons.

## Vérification d'exactitude

### Méthode d'addition d'étalon

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon chlore.
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,1 ml, 0,20 ml et 0,30 ml d'étalon à 3 échantillons de 25 ml. Agiter pour mélanger.
3. Analyser chaque échantillon comme décrit ci-dessus.
4. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter environ 20 unités de titrant. Pour déterminer le nombre exact d'unités nécessaires pour chaque addition de 0,1 ml, multiplier la concentration exacte lue sur le certificat accompagnant la Voluette par le volume de l'ajout en ml multiplié par 4. (Exemple :  $50 \text{ mg/l} \times 0,1 \text{ ml} \times 4 = 20 \text{ unités}$ ). Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Interférences

Des températures ambiantes élevées tendent à fausser le résultat par excès en raison de la réaction des chloramines. Une température élevée favorise aussi la disparition de la coloration. Dans les échantillons ayant une alcalinité supérieure à 250 mg/l ou une acidité supérieure à 150 mg/l en  $\text{CaCO}_3$ , le développement de la coloration ne sera pas complet ou la coloration disparaîtra rapidement. En utilisant un pH-mètre, neutraliser ces échantillons à pH 6 à 7 avec une solution d'acide sulfurique 1 N ou une solution d'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminer la quantité nécessaire sur un échantillon de 25 ml séparé. Ajouter la même quantité à l'échantillon à analyser.

Le brome, l'iode, l'ozone et les formes oxydées de manganèse et de chrome réagissent aussi comme le chlore. Compenser les effets du manganèse ( $\text{Mn}^{4+}$ ) et du chrome ( $\text{Cr}^{6+}$ ) en ajustant le pH entre 6 et 7 comme décrit ci-dessus. Ajouter 3 gouttes de solution d'iodure de potassium, 30 g/l, à 25 ml d'échantillon, mélanger et attendre une minute. Ajouter 3 gouttes d'arsenite de sodium, 5 g/l et mélanger. Analyser cet échantillon comme décrit ci-dessus (si le chrome est présent, attendre exactement le même temps de réaction à l'étape 5 avec le DPD pour les deux analyses). Soustraire le résultat de cet essai de l'analyse initiale pour obtenir le résultat exact du chlore.

## Principe de la méthode

La méthode DPD-FEAS fournit une technique volumétrique pour la détermination du chlore libre, du chlore total et du chlore combiné (par différence). La coloration magenta résultant de l'oxydation au DPD par le chlore est détruite quantitativement par titrage avec le sulfate de fer (II) et d'éthylènediammonium et le volume de titrant pour atteindre le point de virage à l'incolore est proportionnel à la concentration de chlore.

# CHLORE, Libre et Total

---

## Réactifs nécessaires

Réf. n°	Désignation
24453-00	Kit de Réactifs Chlore Libre et Total (environ 100 essais) contenant: (1) 14064-99, (1) 14070-99, (1) 22923-01

Réf. n°	Désignation	Unité
22923-01	Cartouche Fer (II) éthylènediammonium sulfate 0,00564 N .....	1
14070-99	DPD chlore libre en gélules.....	paq. 100
14064-99	DPD chlore total en gélules.....	paq. 100

## Appareillage nécessaire

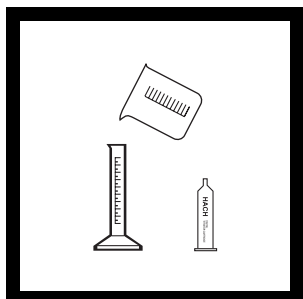
505-41	Flûte, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
14515-40	Pipette jaugée, classe A, 25 ml.....	1
14651-00	Poire à pipetter.....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1

## Réactifs optionnels

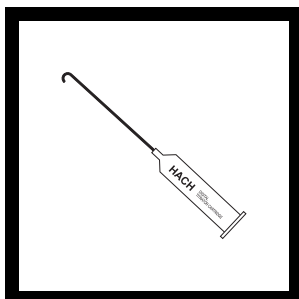
1270-32	Acide sulfurique 1,000 N.....	100 ml CGG
343-32	Potassium iodure, solution 30 g/l .....	100 ml CGG
1047-32	Sodium arsenite, solution 5 g/l .....	100 ml CGG
1045-32	Sodium hydroxyde, solution 5,0 N.....	100 ml CGG
14268-20	Voluette-étalon chlore, environ 50-75 mg/l Cl <sub>2</sub> , 2 ml .....	paq. 20

## Appareillage optionnel

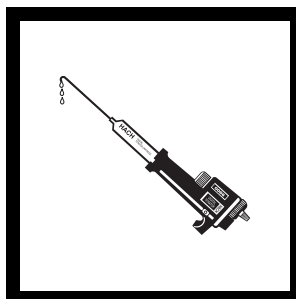
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir .....	paq. 5
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml .....	paq. 50
326-00	Noix de serrage.....	1
21145-00	Pince pour montage.....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml.....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V .....	1
24846-00	Briseur d'ampoule PourRite .....	1



1. Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante de thiosulfate de sodium correspondant à la concentration prévue de chlore.

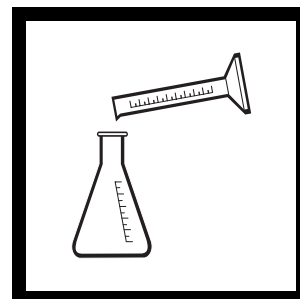


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

*Note : Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).*



4. Au moyen d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

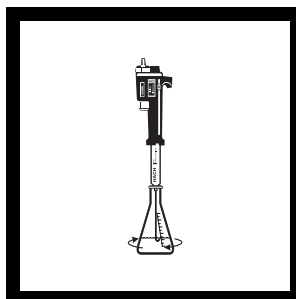
*Note : Voir [Prélèvement et stockage en page 56](#).*



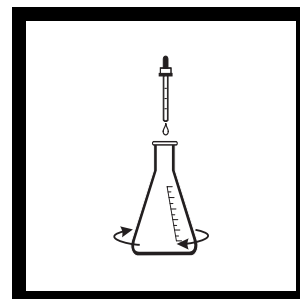
5. Ajouter deux compte-gouttes (2 ml) de solution tampon acétate pH 4 et agiter pour mélanger.



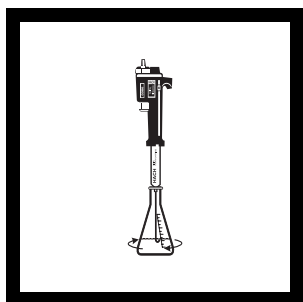
6. Ajouter le contenu d'une gélule d'iodure de potassium et agiter pour mélanger.



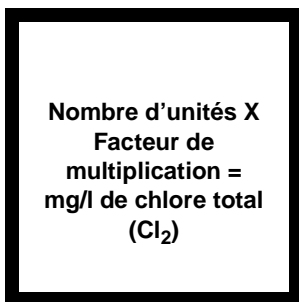
7. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à virage au jaune pâle.



8. Ajouter le contenu d'un compte-gouttes de solution d'amidon et agiter pour mélanger. Une coloration bleue se développe.



9. Continuer à titrer jusqu'à virage du bleu à l'incolore. Noter le nombre d'unités nécessaires.



10. Calculer :  
Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l de chlore total (Cl<sub>2</sub>).

*Note : En l'absence de chlore, ces techniques peuvent être utilisées pour déterminer la concentration d'iode et de brome. Multiplier le résultat (en mg/l de chlore) par 3,58 pour l'iode ou 2,25 pour le brome, pour exprimer la concentration d'iode ou de brome de l'échantillon.*

Tableau 1

Gamme (mg/l en Cl <sub>2</sub> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> N	N° Référence	Facteur de multiplication
1-4	100	0,02256	24091-01	0,01
2-8	50	0,02256	24091-01	0,02
5-20	20	0,02256	24091-01	0,05
10-40	10	0,02256	24091-01	0,10
20-80	5	0,02256	24091-01	0,20
50-200	2	0,02256	24091-01	0,50
100-400	1	0,02256	24091-01	1,00

## Prélèvement et stockage

Prélever au moins 200 ml d'échantillon dans un flacon propre en plastique ou en verre. Analyser sur place immédiatement ou aussitôt que possible après prélèvement.

## Vérification d'exactitude

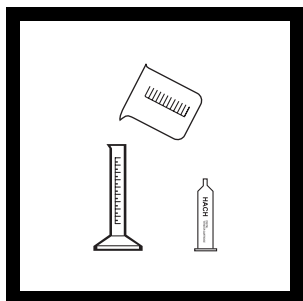
### Méthode d'addition d'étalon

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

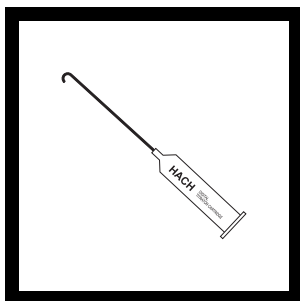
1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon chlore.
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,2 ml, 0,4 ml et 0,6 ml d'étalon à 3 échantillons de même volume que celui utilisé ci-dessus.
3. Analyser chaque échantillon comme décrit ci-dessus.
4. Chaque addition de 0,2 ml d'étalon doit nécessiter environ 10 unités de titrant. La concentration exacte de la solution est indiquée sur le certificat qui accompagne la voluette. Pour déterminer le nombre exact d'unités nécessaires pour chaque addition de 0,2 ml, multiplier la concentration exacte lue sur le certificat par le volume de l'ajout en ml. (Exemple : 50 mg/l x 0,2 ml = 10 unités). Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.



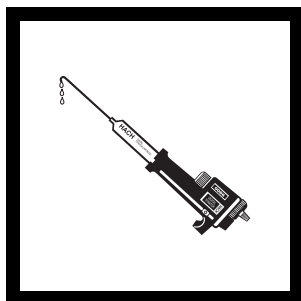
## Méthode Iodométrique (20 - 70 mg/l comme Cl<sub>2</sub> utilisant Thiosulfate de Sodum)



1. Dans le [Tableau 2](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), correspondant à la concentration prévue de chlore.

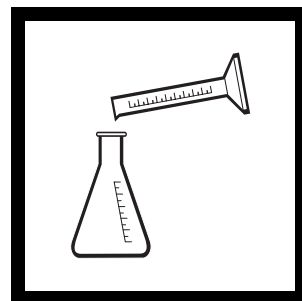


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

*Note : Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).*



4. Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 125 ml. Diluer à environ 50 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.



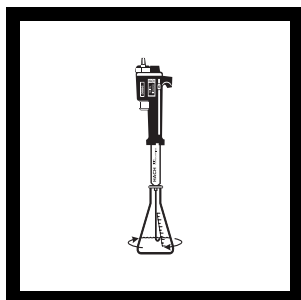
5. Ajouter le contenu d'une gélule de réactif oxygène dissous 3.

*Note : Normalement l'addition du réactif doit abaisser le pH à 4 ou moins. Si le volume d'échantillon est grand ou si l'échantillon est fortement alcalin, vérifier que le pH de la solution est inférieur ou égal à 4, au moyen d'un pH-mètre ou d'un papier pH avant de continuer.*

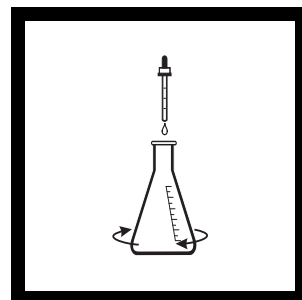


6. Si la cartouche 0,113 N est utilisée, ajouter le contenu d'une gélule d'iodure de potassium, réf. n° 1077-99 à la fiole et agiter pour mélanger.

Si la cartouche 2,00 N est utilisée, ajouter le contenu d'une gélule d'iodure de potassium, réf. n° 20599-96 à la fiole et agiter pour mélanger.



7. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à virage au jaune pâle.



8. Ajouter le contenu d'un compte-gouttes de solution d'amidon et agiter pour mélanger. Une coloration bleue se développe.



Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l de chlore (Cl<sub>2</sub>)

**9.** Continuer à titrer jusqu'à virage de la solution du bleu à l'incolore. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**10.** Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l de chlore (Cl<sub>2</sub>).

*Note : Pour convertir le résultat ci-dessus en pourcentage de chlore (Cl<sub>2</sub>), diviser par 10.000.*

Tableau 2

Gamme (mg/l en Cl <sub>2</sub> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> N	N° Référence	Facteur de multiplication
20-80	25	0,113	22673-01	0,2
50-200	10	0,113	22673-01	0,5
100-400	5	0,113	22673-01	1
250-1000	2	0,113	22673-01	2,5
500-2.000	1	0,113	22673-01	5
2.000-9.000 (0,2-0,9 %)	4	2,00	14401-01	22,2
5.000-18.000 (0,5-1,8 %)	2	2,00	14401-01	44,3
10.000-35.000 (1,0-3,5 %)	1	2,00	14401-01	88,7
20.000-70.000 (2,0-7,0 %)	0,5	2,00	14401-01	177

## Vérification d'exactitude

### Méthode d'addition d'étalon

Cette vérification d'exactitude s'applique **uniquement pour le titrage avec la cartouche 0,113 N**. Elle doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon chlore.
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 1,0 ml, 2,00 ml et 3,00 ml d'étalon à 3 échantillons de même volume que celui utilisé ci-dessus.
3. Analyser chaque échantillon comme décrit ci-dessus.
4. Chaque addition de 1,0 ml d'étalon doit nécessiter environ 10 unités de titrant 0,113 N. Pour déterminer le nombre exact d'unités nécessaires pour chaque addition de 1,0 mL, multiplier la concentration exacte lue sur le certificat par le volume de l'ajout en mL. Diviser par 5. (Exemple :  $50 \text{ mg/l} \times 1.0 \text{ ml} = 10 \text{ unités}$ ) Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Principe de la méthode

La concentration de chlore total est égale à la concentration du chlore libre et des formes combinées de chlore. Le chlore libre réagit rapidement avec l'ammoniac pour former du chlore combiné tel que les monochloramines. En ajoutant de l'iodure de potassium à un échantillon contenant du chlore à pH inférieur à 8 est libéré en quantité proportionnelle à la quantité de chlore présente. L'iode est titré par le thiosulfate de sodium.

### Réactifs nécessaires pour titrage avec la cartouche 0,02256 N

Réf. n°	Désignation	Unité
349-32	Amidon en solution.....	100 ml CGG*
24091-01	Cartouche sodium thiosulfate 0,02256 N.....	1
1077-99	Potassium iodure en gélules.....	paq. 100
14909-32	Solution Tampon Acétate, pH 4.....	100 ml CGG

### Réactifs nécessaires pour titrage avec la cartouche 0,113 N

22725-00	Kit de réactifs chlore, 20-2000 mg/l (environ 100 essais) Contenant : (1) 987-99, (1) 1077-99, (1) 22673-01, (1) 349-32	
349-32	Amidon en solution.....	100 ml CGG*
22673-01	Cartouche sodium thiosulfate 0,113 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
1077-99	Potassium iodure en gélules.....	paq. 100
987-99	Réactif oxygène dissous 3 en gélules.....	paq. 100

\* Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.

# CHLORE, Total

---

## Réactifs nécessaires pour titrage avec la cartouche 2,00 N

Réf. n°	Désignation
24448-00	Kit de réactifs chlore, 2000-70000 mg/l (environ 100 essais) Contenant : (1) 349-32, (1) 987-99, (1) 14401-01, (1) 20599-96

Réf. n°	Désignation	Unité
349-32	Amidon en solution.....	100 ml CGG*
14401-01	Cartouche sodium thiosulfate 2,00 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
20599-96	Potassium iodure en gélules.....	paq. 50
987-99	Réactif oxygène dissous 3 en gélules.....	paq. 100

## Appareillage nécessaire

505-43	Flûte, Erlenmeyer, 125 ml.....	1
968-00	Pince coupante.....	1
12189-00	Poire à pipetter, 3 soupapes.....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1

Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :

532-35	Pipette graduée, 1 ml.....	1
14515-35	Pipette jaugée, classe A, 1 ml.....	1
14515-36	Pipette jaugée, classe A, 2 ml.....	1
14515-04	Pipette jaugée, classe A, 4 ml.....	1
14515-37	Pipette jaugée, classe A, 5 ml.....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml.....	1
14515-40	Pipette jaugée, classe A, 25 ml.....	1

## Réactifs optionnels

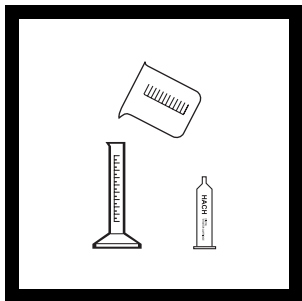
14268-20	Voluette-étalon chlore, environ 50-75 mg/l Cl <sub>2</sub> , 2 ml.....	paq. 20
----------	--	---------

## Appareillage optionnel

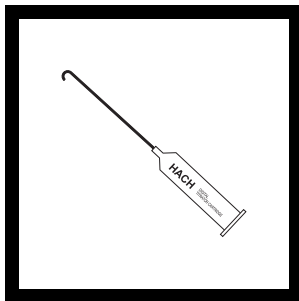
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits.....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir™.....	paq. 5
21846-00	Déminéralisateur 473 ml.....	1
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 1,0 - 10,0 ml.....	paq. 50
508-37	Eprouvette graduée, 5 ml.....	1
508-38	Eprouvette graduée, 10 ml.....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml.....	1
326-00	Noix de serrage.....	1
391-33	Papier pH 1-11.....	paq. 5
51700-10	pH-mètre <i>sension1</i> portatif.....	1
21145-00	Pince pour montage.....	1
19700-01	Pipette TenSette 1,0-10,0 ml.....	1
563-00	Statif de laboratoire.....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V.....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V.....	1
48600-22	Electrode pH HachOne combinaison, avec température.....	1

### Méthode au nitrate mercurique (10 - 8000 mg/l comme Cl<sup>-</sup>)

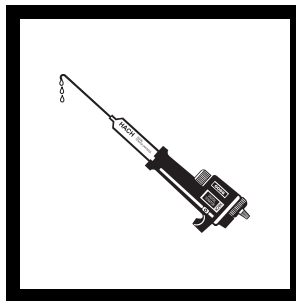
### Methode 8206



1. Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante de nitrate mercurique [Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] correspondant à la concentration prévue de chlorure.

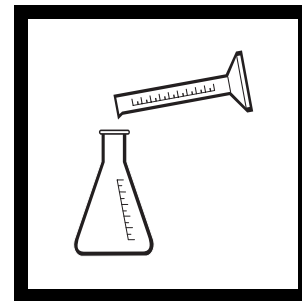


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#), pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

*Note : Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).*



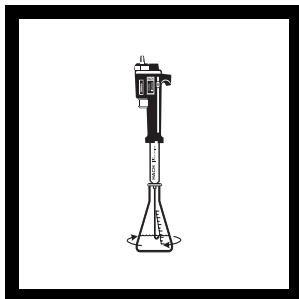
4. Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

*Note : Voir [Prélèvement et stockage en page 63](#).*



5. Ajouter le contenu d'une gélule de diphenylcarbazone et agiter pour mélanger.

*Note : L'exactitude des résultats n'est pas affectée si une petite partie de la poudre n'est pas dissoute.*



6. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution de nitrate mercurique jusqu'à virage du jaune pâle au rose. Noter le nombre d'unités nécessaires.



Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l de chlorure

7. Calculer :

Nombre d'unités X Facteur de multiplication = mg/l de chlorure.

*Note : Les résultats peuvent être exprimés en mg/l de chlorure de sodium en multipliant le résultat en mg/l de chlorure par 1,65.*

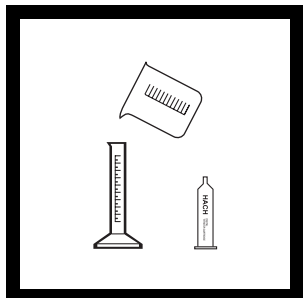
*Note : meq/l Clorure = mg/l Cl<sup>-</sup> ÷ 35,45.*

Tableau 1

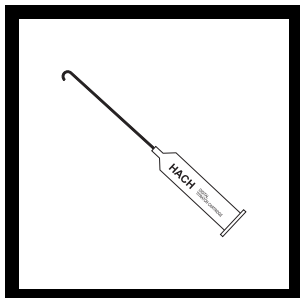
Gamme (mg/l en Cl <sup>-</sup> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N	N° Référence	Facteur de multiplication
10-40	100	0,2256	14393-01	0,1
40-160	25	0,2256	14393-01	0,4
100-400	100	2,256	921-01	1,0
200-800	50	2,256	921-01	2,0
500-2000	20	2,256	921-01	5,0
1000-4000	10	2.256	921-01	10,0
2000-8000	5	2,256	921-01	20,0

## Méthode au nitrate d'argent (10 - 10.000 mg/l comme Cl<sup>-</sup>)

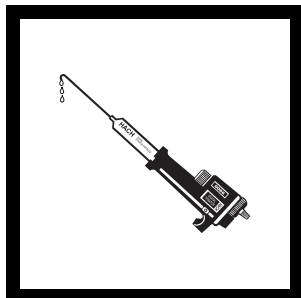
## Methode 8207



1. Dans le [Tableau 2](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante de nitrate d'argent (AgNO<sub>3</sub>) correspondant à la concentration prévue de chlorure.

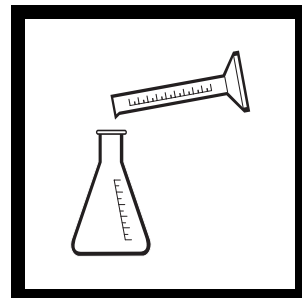


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#), pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



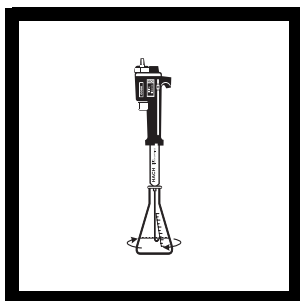
4. Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

**Note :** Voir [Prélèvement et stockage en page 63](#).



5. Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur Chloride 2 et agiter pour mélanger.

**Note :** L'exactitude des résultats n'est pas affectée si une petite partie de la poudre n'est pas dissoute.



6. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution de nitrate d'argent jusqu'à virage du jaune au rouge-brun. Noter le nombre d'unités nécessaires.



Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l de chlorure

7. Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l de chlorure.

**Note :** Les résultats peuvent être exprimés en mg/l de chlorure de sodium en multipliant le résultat en mg/l de chlorure par 1,65.

**Note :** meq/l Chlorure =  
mg/l Cl<sup>-</sup> ÷ 35,45.

Tableau 2

Gamme (mg/l en Cl <sup>-</sup> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche AgNO <sub>3</sub> N	N° Référence	Facteur de multiplication
10-40	100	0,2256	14396-01	0,1
25-100	40	0,2256	14396-01	0,25
100-400	50	1,128	14397-01	1,0
250-1000	20	1,128	14397-01	2,5
1000-4000	5	1,128	14397-01	10,0
2500-10.000	2	1,128	14397-01	25,0

## Prélèvement et stockage

Prélever au moins 100 à 200 ml d'échantillon dans un flacon propre en plastique ou en verre. Les échantillons peuvent être stockés jusqu'à 28 jours avant l'analyse.

## Vérification d'exactitude

### (Méthode d'addition d'étalon)

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon chlorure, 12.500 mg/l Cl<sup>-</sup>.
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,1 ml d'étalon à l'échantillon titré à l'étape 6. Reprendre le titrage jusqu'au même point de virage. Noter le nombre d'unités nécessaires.
3. Répéter avec deux additions supplémentaires de 0,1 ml. Titrer jusqu'au point de virage après chaque addition.
4. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter 12,5 unités supplémentaires de titrant 2,256 N, 25 unités de titrant 1,128 N, ou 125 unités de titrant 0,2256 N. Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Interférences

### Méthode au nitrate mercurique :

Le chromate, le fer ferrique et les sulfites interfèrent lorsque leur concentration dépasse 10 mg/l.

L'interférence des sulfites peut être éliminée en ajoutant 3 gouttes d'eau oxygénée 30% à l'étape 4.

L'interférence des sulfures peut être éliminée en ajoutant le contenu d'une gélule de réactif inhibiteur de sulfure à environ 125 ml d'échantillon, en mélangeant pendant une minute et en filtrant sur papier filtre plissé.

Les iodures et les bromures interfèrent directement et sont titrés comme les chlorures.

Neutraliser les échantillons fortement alcalins ou acides à un pH de 2 à 7 avec la solution d'acide sulfurique 5,25 N ou la solution d'hydroxyde de sodium 5,0 N. Déterminer la quantité d'acide ou de base nécessaire sur un échantillon séparé car une électrode pH introduirait des chlorures dans l'échantillon.

### Méthode au nitrate d'argent :

Le fer au-delà de 10 mg/l masque le point de virage.

L'orthophosphate au-delà de 25 mg/l précipite l'argent.

L'interférence des sulfites peut être éliminée en ajoutant 3 gouttes d'eau oxygénée 30% à l'étape 4.

L'interférence des sulfures peut être éliminée en ajoutant le contenu d'une gélule de réactif inhibiteur de sulfure à environ 125 ml d'échantillon, en mélangeant pendant une minute et en filtrant sur papier filtre plissé.

Les cyanures, iodures et les bromures interfèrent directement et sont titrés avec les chlorures.

Neutraliser les échantillons fortement alcalins ou acides à un pH de 2 à 7 avec la solution d'acide sulfurique 5,25 N ou la solution d'hydroxyde de sodium 5,0 N. Déterminer la quantité d'acide ou de base nécessaire sur un échantillon séparé car une électrode pH introduirait des chlorures dans l'échantillon.

## Principe de la méthode

### Méthode au nitrate mercurique :

L'échantillon est titré en milieu acide en présence d'indicateur diphénylcarbazone. En présence d'un léger excès d'ion mercurique, un complexe rose-violet se forme avec l'indicateur, signalant le point de virage.

### Méthode au nitrate d'argent :

L'échantillon est titré avec le nitrate d'argent en solution en présence de chromate de potassium (venant de l'indicateur chlorure 2 en gélule). Le nitrate d'argent réagit avec le chlorure qui est présent pour produire du chlorure d'argent blanc insoluble. Lorsque tout le chlorure est précipité, les ions d'argent réagissent avec l'excès du chromate présent pour produire un précipité de chromate d'argent rouge-brun, ce qui indique le point de virage du titrage.

---

### Réactifs nécessaires pour la méthode au nitrate mercurique:

Réf. n°	Désignation
22726-00	Kit de réactifs chlorure au nitrate mercurique (environ 100 essais) Contenant : (2) 836-96, (1) 14393-01, (1) 921-01

Réf. n°	Désignation	Unité
14393-01	Cartouche nitrate mercurique 0,2256 N.....	1
921-01	Cartouche nitrate mercurique 2,256 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
836-99	Indicateur diphénylcarbazone en gélules.....	paq. 100

### Réactifs nécessaires pour la méthode au nitrate d'argent :

22880-00	Kit de réactifs chlorure au nitrate d'argent (environ 50 essais) Contenant : (1) 1057-66, (1) 14396-01, (1) 14397-01	
14396-01	Cartouche nitrate d'argent 0,2256 N.....	1
14397-01	Cartouche nitrate d'argent 1,128 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
1057-66	Indicateur chlorure 2 en gélules.....	paq. 50



## Appareillage nécessaire pour les 2 méthodes

Réf. n°	Désignation	Unité
505-46	Fiole, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
968-00	Pince coupante .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
548-38	Eprouvette graduée, 10 ml .....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml .....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml .....	1
508-42	Eprouvette graduée, 100 ml .....	1

## Réactifs optionnels

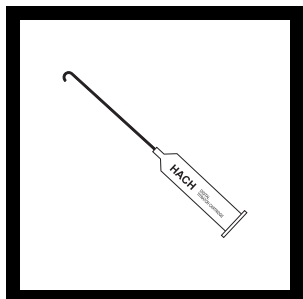
2449-32	Acide sulfurique solution 5,25 N.....	100 ml CGG
144-45	Eau oxygénée solution 30 % ACS .....	200 ml
2418-99	Inhibiteur de sulfure en gélules .....	paq. 100
2450-32	Sodium hydroxyde solution 5,0 N.....	100 ml CGG
183-49	Solution étalon chlorure, 1000 mg/l cl.....	500 ml
14250-10	Voluette-étalon chlorure, 12.500 mg/l cl, 10 ml .....	paq. 16

## Appareillage optionnel

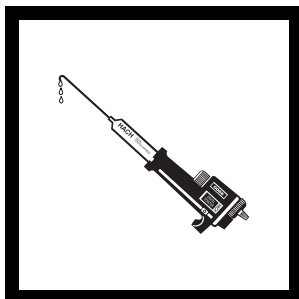
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir™.....	paq. 5
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml .....	paq. 50
1083-67	Entonnoir plastique 65 mm .....	1
326-00	Noix de serrage.....	1
1894-57	Papier filtre plissé, 12,5 cm .....	paq. 100
51700-10	pH-mètre <i>sension1</i> portatif .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
14515-36	Pipette jaugée, classe A, 2 ml .....	1
14515-37	Pipette jaugée, classe A, 5 ml .....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml .....	1
14515-20	Pipette jaugée, classe A, 20 ml .....	1
14515-40	Pipette jaugée, classe A, 25 ml .....	1
14515-41	Pipette jaugée, classe A, 50 ml .....	1
14515-42	Pipette jaugée, classe A, 100 ml .....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml.....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
14651-00	Poire à pipetter .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V .....	1
48600-22	Electrode pH HachOne combinaison, avec température .....	1
21968-00	Kit briseur d'ampoule Voluette .....	1

## Methode 8211

## Technique utilisant le Thiosulfate de Sodium (20 - > 400 mg/l comme CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)

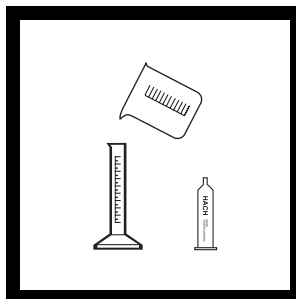


1. Fixer un capillaire propre sur la cartouche de thiosulfate de sodium. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



2. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

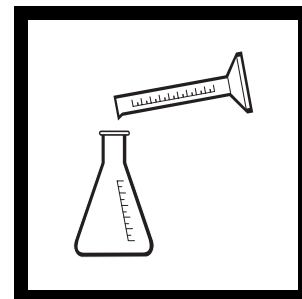
**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



3. Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon correspondant à la concentration prévue de chromate (CrO<sub>4</sub>).

**Note :** Prélever 200 à 300 ml d'échantillon dans un flacon propre en plastique ou en verre lavé à l'acide.

**Note :** Voir [Prélèvement et stockage en page 67](#).



4. Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 125 ml. Diluer à environ 50 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

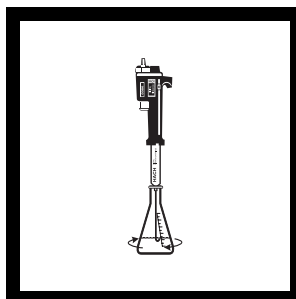


5. Ajouter le contenu d'une gélule d'iodure de potassium et agiter pour mélanger.

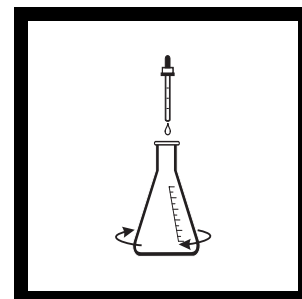


6. Ajouter le contenu d'une gélule de réactif oxygène dissous 3, et agiter pour mélanger. Attendre au moins 3 minutes avant d'effectuer les étapes 7 à 9.

**Note :** Une coloration jaune ou marron indique la présence de chromate.

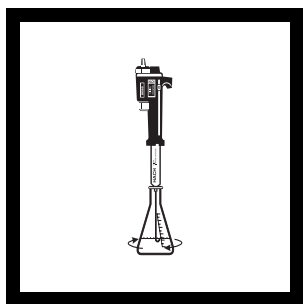


7. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution de thiosulfate de sodium, jusqu'à coloration jaunepaille.



8. Ajouter le contenu d'un compte-goutte de solution d'amidon et agiter pour mélanges.

**Note :** Une coloration bleue se développe.



Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l de chromate  
(CrO<sub>4</sub>)

**9.** Continuer à titrer jusqu'à visage du bleu à l'incolore. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**10.** Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l de chromate (CrO<sub>4</sub>).

**Note :** Les résultats peuvent être exprimés en mg/l de chromate de sodium (Na<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>) ou de chrome (Cr) en multipliant le résultat en chromate, respectivement par 1,4 ou 0,448.

Tableau 1

Gamme (mg/l en CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> N	N° Référence	Facteur de multiplication
20-80	50	0,2068	22676-01	0,2
50-200	20	0,2068	22676-01	0,5
100-400	10	0,2068	22676-01	1,0
plus de 400	5	0,2068	22676-01	2,0

## Prélèvement et stockage

Prélever 200 à 300 ml d'échantillon dans un flacon propre en plastique ou en verre lavé à l'acide. L'acidification avec 1 ml d'acide sulfurique concentré par litre évite l'absorption du métal sur les parois du récipient.

## Vérification d'exactitude

### Méthode d'addition d'étalon

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,1 ml, 0,2 ml, 0,3 ml de solution étalon de chrome hexavalent, 1000 mg/l, à 3 échantillons de même volume que celui titré ci-dessus.
2. Analyser chaque échantillon comme décrit ci-dessus.
3. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter 22 unités supplémentaires de titrant. Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Préparation d'Etalon

Une solution étalon à 67 mg/l de chromate (30 mg/l Cr) peut être préparée en diluant 3,0 ml de solution étalon de chrome hexavalent, 1000 mg/l Cr, à 100 ml dans une fiole jaugée. Titres un échantillon 20 ml ou 50 ml en utilisant la technique ci-dessus.

## Interférences

Les substances capables d'oxyder l'iodure en iode en milieu acide (telles que le fer ferrique et le cuivre) interfèrent en donnant des résultats faux par excès. Les effets du fer et du cuivre peuvent être masqués en dissolvant le contenu d'une gélule de CDTA, sel de magnésium et deux mesures de 1,0 g d'acétate de sodium dans l'échantillon entre les étapes 6 et 7.

## Principe de la méthode

Le chromate présent dans l'échantillon réagit avec l'iodure en milieu acide pour former de l'iode sous forme  $I_3^-$ . L'ajout de solution d'amidon produit une coloration bleue avec l'iode. Le complexe est titré par le thiosulfate de sodium jusqu'à virage du bleu à l'incolore. Le volume de titrant utilisé est proportionnel à la concentration de chromate.

---

## Réactifs nécessaires

Réf. n°	Désignation	Unité
22724-00	Kit de réactifs chromate (environ 100 essais) Contenant : (1) 987-99, (1) 20599-96, (1) 22676-01, (1) 349-37	
349-32	Amidon en solution.....	100 mL CGG
22676-01	Cartouche sodium thiosulfate 0,2068 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
20599-96	Potassium iodure en gélules.....	paq. 50
987-99	Réactif oxygène dissous 3 en gélules.....	paq. 100

## Appareillage nécessaire

505-43	Fiole, Erlenmeyer, 125 ml.....	1
968-00	Pince coupante.....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
508-38	Eprouvette graduée, 10 ml.....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml.....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml.....	1

## Réactifs optionnels

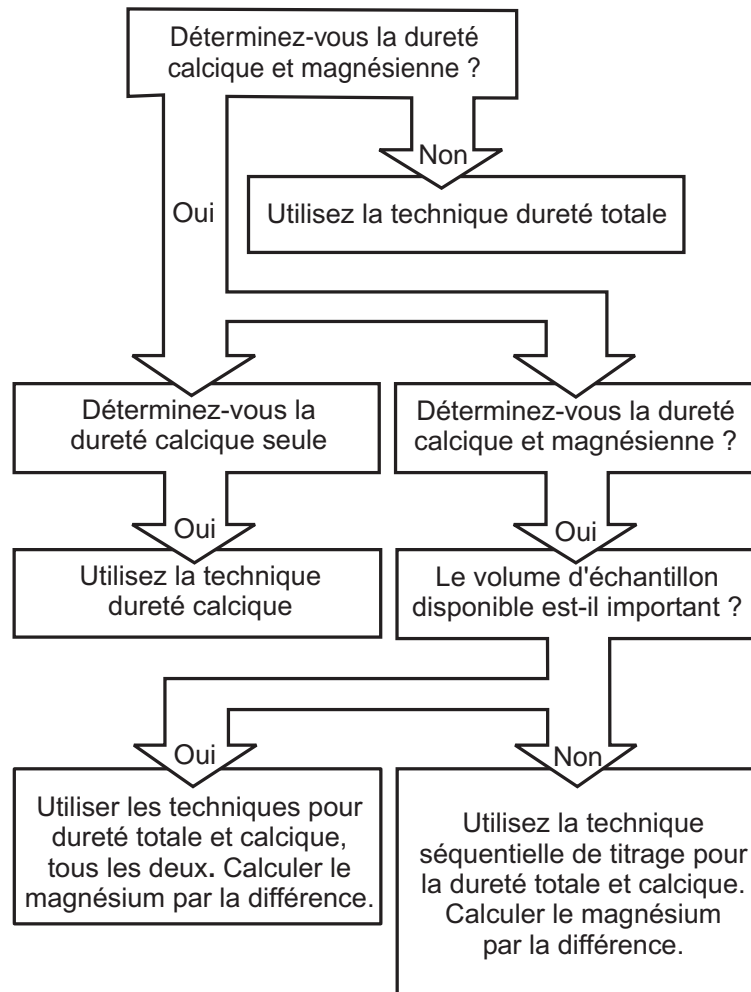
14080-99	CDTA, sel de magnésium en gélules.....	paq. 100
178-26	Sodium acétate, trihydrate ACS.....	100 g
14664-42	Solution-étalon chrome hexavalent, 1000 mg/l.....	100 ml

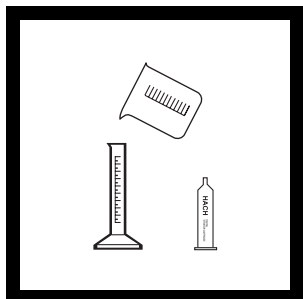
## Appareillage optionnel

Réf. n°	Désignation	Unité
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir .....	paq. 5
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml .....	paq. 50
510-00	Cuiller de mesure 1,0 g .....	1
547-42	Fiole jaugée, 100 ml .....	1
326-00	Noix de serrage .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
14515-03	Pipette jaugée, classe A, 3 ml .....	1
14515-37	Pipette jaugée, classe A, 5 ml .....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml .....	1
14515-20	Pipette jaugée, classe A, 20 ml .....	1
14515-41	Pipette jaugée, classe A, 50 ml .....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml .....	1
14651-00	Poire à pipetter .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V .....	1

# DURETE TOTALE, CALCIQUE, MAGNESIENNE

Le tableau ci-dessous permet de sélectionner la technique appropriée à votre application, parmi les techniques disponibles pour la mesure de la dureté.

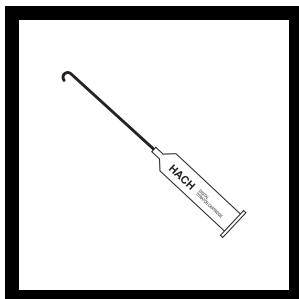




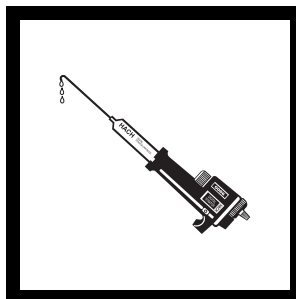
1. Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante d'EDTA correspondant à la concentration prévue de calcium exprimée en carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>) ou [Tableau 2](#) pour la concentration en degrés allemands de dureté (G.d.h.).

**Note :** Un degré allemand de dureté égal 17,9 mg/l de dureté comme CaCO<sub>3</sub>.

**Note :** Si l'échantillon ne peut pas être analysé immédiatement, ajouter 1,5 ml d'acide nitrique par litre pour conserver l'échantillon et éviter l'absorption de calcium sur les parois du récipient. Les échantillons conservés de cette manière sont stables pendant une semaine. Avant l'analyse, neutraliser à pH 7 au moyen de solution d'hydroxyde de potassium et réchauffer à température ambiante.

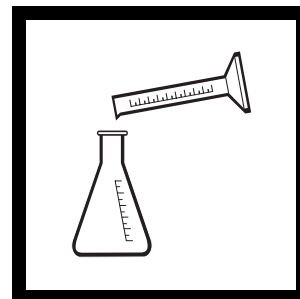


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.

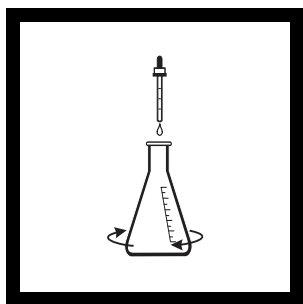


3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



4. Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.



**5.** Ajouter 2 ml d'hydroxyde de potassium 8 N et agiter pour mélanger.

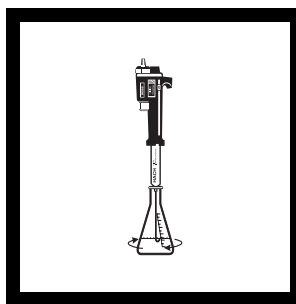
**Note :** Pour des volumes de 50 ml ou moins, utiliser 1 ml.

**Note :** Le magnésium n'est pas pris en compte dans le titrage, mais doit être présent pour un virage net. En absence connue de magnésium, ajouter 1 ou 2 gouttes de solution de magnésium, 10 g/l en  $\text{CaCO}_3$ .



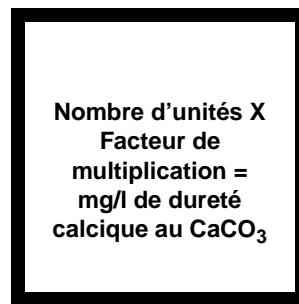
**6.** Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur CalVer 2 et agiter pour mélanger.

**Note :** Une mesure de 0,1 g d'indicateur CalVer 2 en poudre, peut être utilisé à la place de l'indicateur en gélules.



**7.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'EDTA jusqu'à virage du rose au bleu. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Note :** Titrer lentement au voisinage du point de virage, car la réaction est lente, particulièrement dans les échantillons froids.



Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l de dureté  
calcique au  $\text{CaCO}_3$

**8.** Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication  
(Tableau 1) = mg/l de dureté  
calcique au  $\text{CaCO}_3$ .

ou

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication  
(Tableau 2) = G.d.h.

Tableau 1

Gamme (mg/l en $\text{CaCO}_3$ )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche EDTA N	N° Référence	Facteur de multiplication
10-40	100	0,0800	14364-01	0,1
40-160	25	0,0800	14364-01	0,4
100-400	100	0,800	14399-01	1,0
200-800	50	0,800	14399-01	2,0
500-2000	20	0,800	14399-01	5,0
1000-4000	10	0,800	14399-01	10,0

Tableau 2

Gamme (G.d.h.)	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche EDTA N	N° Référence	Facteur de multiplication
1-4	100	0,1428	14960-01	0,01
4-16	25	0,1428	14960-01	0,04
10-40	50	0,714	14959-01	0,1
25-100	20	0,714	14959-01	0,25
>100	10	0,714	14959-01	0,5



## Relations entre duretés

$$\text{mg/l Ca} = \text{mg/l dureté totale en CaCO}_3 \times 0,40.$$

## Vérification d'exactitude

### Méthode d'addition d'étalon

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon dureté, 10.000mg/l en  $\text{CaCO}_3$ .
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,1 ml d'étalon à la solution titrée à l'étape 7. Reprendre le titrage jusqu'au même point de virage. Noter le nombre d'unités nécessaires.
3. Répéter avec deux additions supplémentaires de 0,1 ml. Titrer jusqu'au point de virage après chaque addition.
4. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter 10 unités supplémentaires de titrant 0,800 M ou 100 unités de titrant 0,0800 M. Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Interférences

Certains métaux de transition et métaux lourds complexent l'indicateur et empêchent le changement de couleur au point de virage. L'ajout d'un cuiller de mesure 0,5-g de cyanure de potassium (KCN) après l'ajout d'hydroxyde de potassium élimine les interférences des métaux suivants ([Tableau 3](#)) aux niveaux indiqués (dans un échantillon 100 ml non dilué).

Tableau 3

Métal	Niveau maximum de tolérance* avec KCN	Niveau maximum de tolérance* sans KCN
Cobalt	20 mg/l	none
Cuivre	100 mg/l	0,10 mg/l
Nickel	200 mg/l	0,5 mg/l
Zinc	100 mg/l	5 mg/l

\* Des niveaux proportionnellement plus élevés de ces éléments sont tolérables dans de plus petites dimensions puisque leur effet est dilué en apportant le volume à 100 ml. Parce que les tableaux 1 et 2 ont des volumes de 10-100 ml, les concentrations d'interférences peuvent être plus hautes dans votre échantillon et peuvent ne pas avoir aucun effet à cause de la dilution de l'échantillon.

### DANGER

**Le cyanure de potassium est un poison mortel. Il doit toujours être ajouté après le tampon hardness 1. Un excès de cyanure de potassium n'affecte pas les résultats. tous les effluents contenant des cyanures doivent être traités en ajoutant un excès de solution alcaline d'hypochlorite de sodium (eau de javel) sous agitation. Utiliser une bonne ventilation. laisser reposer 24 heures avant d'éliminer.**

Dans un échantillon non dilué, le fer interfère au-dessus de 8 mg/l en donnant un virage du rouge-orangé au vert, qui est utilisable sans erreur jusqu'à 20 mg/l de fer.

Le manganèse interfère au-dessus de 5 mg/l.

L'aluminium donne un virage lent, mais peut être toléré jusqu'à 200 mg/l en accordant assez de temps pour un changement de couleur.

L'interférence du magnésium jusqu'à 200 mg/l est évitée par formation d'hydroxyde de magnésium à ce pH élevé, mais empêche un virage distinct au-dessus de cette concentration.

L'orthophosphate donne un virage lent, mais n'interfère pas en laissant la turbidité, due au phosphate de calcium, se dissoudre pendant le titrage. Les polyphosphates interfèrent directement et doivent être absents.

Le baryum et le strontium sont titrés avec du calcium, mais ils sont rarement présents dans l'eau naturelle en quantités importantes.

La méthode peut tolérer jusqu'à 10.000 mg/l d'acidité ou d'alcalinité en  $\text{CaCO}_3$ .

Les solutions saturées en chlorure de sodium ne donnent pas un virage distinct et peut être effectuée directement en eau de mer.

Les échantillons à environ 20°C (68°F) ou plus froides devraient être titrés lentement au voisinage du point de virage pour accorder assez de temps pour le changement de couleur.

Les échantillons fortement tamponnés ou un échantillon pH extrême peuvent dépasser le pouvoir tampon des réactifs et nécessiter un prétraitement de l'échantillon.

## Principe de la méthode

L'échantillon se fait alcalin (pH 12-13) avec l'hydroxyde de potassium pour précipiter l'hydroxyde de magnésium. L'indicateur CalVer 2 est ajouté et se combine avec le calcium pour donner une coloration rose. Pendant que la solution EDTA est ajoutée, elle réagit avec les ions de calcium libre actuels. Quand aucun ion de calcium libre ne reste, la solution enlève le calcium complexé avec l'indicateur, causant un changement de couleur au bleu.

---

### Réactifs nécessaires

Réf. n°	Désignation	Unité
	Kit de réactifs calcium et magnésium (environ 100 essais)	
24473-00	<b>1-16 G.d.h</b> contenant : (1) 282-32, (1) 852-99, (1) 14960-01	
24474-00	<b>10-100+ G.d.h</b> contenant : (1) 282-32, (1) 852-99, (1) 14959-01	
24472-00	<b>10-160 mg/l</b> contenant : (1) 282-32, (1) 852-99, (1) 14364-01	
24475-00	<b>100-4.000 mg/l</b> contenant : (1) 282-32, (1) 852-99, (1) 14399-01	
Réf. n°	Désignation	Unité
272-56	Eau désionisée.....	4 l
852-99	Indicateur CalVer 2 en gélules .....	paq. 100
282-37	Potassium hydroxyde 8,00 N.....	100 ml CGG*

\* Flacon compte-gouttes marqué. Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.

## Réactifs nécessaires (suite)

Réf. n°	Désignation	Unité
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
14364-01	Cartouche EDTA 0,0800 M .....	1
14960-01	Cartouche EDTA 0,1428 M .....	1
14959-01	Cartouche EDTA 0,714 M .....	1
14399-01	Cartouche EDTA 0,800 M .....	1

## Appareillage nécessaire

505-46	Fiole, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
508-38	Eprouvette graduée, 10 ml.....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml.....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml.....	1
508-42	Eprouvette graduée, 100 ml.....	1

## Réactifs optionnels

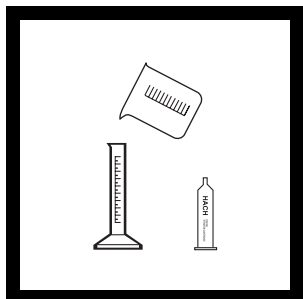
22721-00	Kit de réactifs calcium et magnésium (environ 100 essais) Contenant : (1) 282-32, (1) 424-32, (1) 851-99, (1) 947-99, (1) 14364-01, (1) 14399-01	
152-49	Acide nitrique ACS .....	500 ml
2540-49	Acide nitrique au 1 / 2 .....	500 ml
121-53	Calcium chlorure, solution 1000 mg/l en CaCO <sub>3</sub> .....	1000 ml
281-14	Indicateur CalVer 2 en poudre .....	113 g
1022-33	Magnésium, solution 10 g/l en CaCO <sub>3</sub> .....	29 ml CG
767-14	Potassium cyanure ACS.....	125 g
2187-10	Voluette-étalon dureté, 10.000 mg/l en CaCO <sub>3</sub> , 10 ml.....	paq. 16

## Appareillage optionnel

17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir .....	paq. 5
511-00	Cuiller de mesure 0,1 g .....	1
907-00	Cuiller de mesure 0,5 g .....	1
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1-1,0 ml.....	paq. 50
326-00	Noix de serrage.....	1
391-33	Papier pH 1-11 .....	paq. 5
51700-10	pH-mètre <i>sension1</i> portatif .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml.....	1
14515-20	Pipette jaugée, classe A, 20 ml.....	1
14515-40	Pipette jaugée, classe A, 25 ml.....	1
14515-41	Pipette jaugée, classe A, 50 ml.....	1
14515-42	Pipette jaugée, classe A, 100 ml.....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1-1,0 ml.....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
14651-00	Poire à pipetter .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V.....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V.....	1
21968-00	Kit briseur d'ampoule Voluette .....	1

### Methode 8213

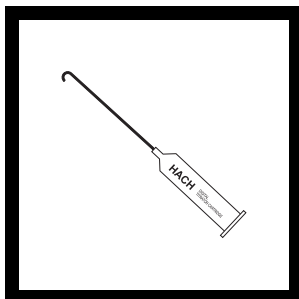
Technique utilisant EDTA  
(10 - 4000 mg/l as CaCO<sub>3</sub>)



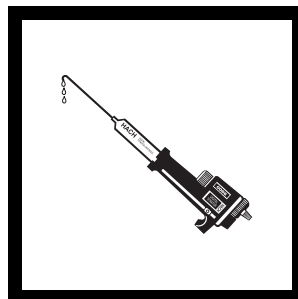
1. Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante EDTA correspondant à la concentration prévue de dureté en mg/l ou [Tableau 2](#) pour la concentration en degrés allemands de dureté (G.d.h.).

**Note :** Un degré allemand de dureté égal 17,9 mg/l de dureté comme CaCO<sub>3</sub>.

**Note :** Prélever au moins 100 ml d'échantillon dans un flacon propre en plastique ou en verre. Les échantillons peuvent être stockés jusqu'à 7 jours en les refroidissant à 4° C ou au-dessous et en les acidifiant à pH 2 avec de l'acide nitrique concentré. Neutraliser l'échantillon acidifié jusqu'à pH 7 avec de l'hydroxyde d'ammonium avant l'analyse.

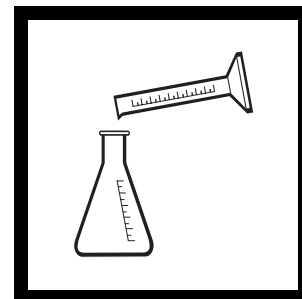


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.

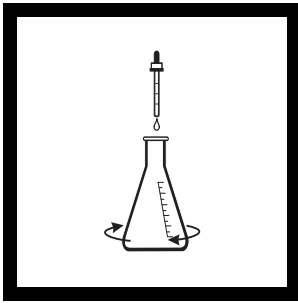


3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



4. Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

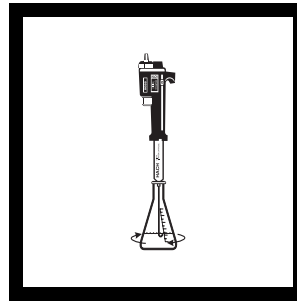


**5.** Ajouter 2 ml de tampon Hardness 1 et agiter pour mélanger.



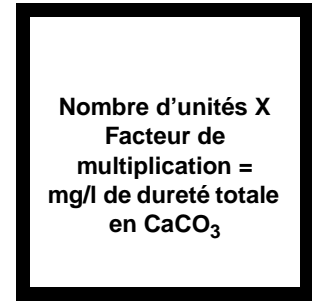
**6.** Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur ManVer 2 et agiter pour mélanger.

**Note :** Quatre gouttes d'indicateur ManVer en solution ou une mesure de 0,1 g d'indicateur ManVer 2 en poudre peuvent être utilisés à la place de la gélule.



**7.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'EDTA jusqu'à virage du rouge au bleu pur. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Note :** Titrer lentement en approchant du point de virage car la réaction est lente, particulièrement dans les échantillons froids.



**8.** Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication  
(Tableau 1) = mg/l de dureté totale en CaCO<sub>3</sub>.

ou

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication  
(Tableau 2) = G.d.h.

**Note :** Pour trouver la concentration de manganèse, soustraire le résultat de la détermination de calcium de la détermination de dureté totale ci-dessus.

**Tableau 1**

Gamme (mg/l en CaCO <sub>3</sub> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche EDTA N	N° Référence	Facteur de multiplication
10-40	100	0,0800	14364-01	0,1
40-160	25	0,0800	14364-01	0,4
100-400	100	0,800	14399-01	1,0
200-800	50	0,800	14399-01	2,0
500-2000	20	0,800	14399-01	5,0
1000-4000	10	0,800	14399-01	10,0

**Tableau 2**

Gamme (G.d.h.)	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche EDTA N	N° Référence	Facteur de multiplication
1-4	100	0,1428	14960-01	0,01
4-16	25	0,1428	14960-01	0,04
10-40	50	0,714	14959-01	0,1
25-100	20	0,714	14959-01	0,25
>100	10	0,714	14959-01	0,5

## Relations entre duretés

mg/l Ca = mg/l dureté totale en  $\text{CaCO}_3$  x 0,400.

mg/l dureté totale en  $\text{CaCO}_3$  =  
mg/l Calcium en  $\text{CaCO}_3$  + mg/l Magnésium en  $\text{CaCO}_3$

## Vérification d'exactitude

### Méthode d'addition d'étalon

Pour vérifier les techniques analytiques, utiliser 20 ml de la solution tampon calcique, 1000 mg/l comme  $\text{CaCO}_3$ . Effectuer la technique comme décrit ci-dessus. La lecture de la solution devrait être 1000 mg/l ou 55,9 G.D.h.

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées.

1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon dureté, 10.000 mg/l en  $\text{CaCO}_3$ .
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,1 ml d'étalon à l'échan-tillon titré à l'étape 7. Reprendre le titrage jusqu'au même point de virage. Noter le nombre d'unités supplémentaires nécessaires.
3. Répéter avec deux additions supplémentaires de 0,1 ml. Titrer jusqu'au point de virage après chaque addition.
4. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter 10 unités supplémentaires de titrant 0,800 M ou 100 unités de titrant 0,0800 M. Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir Annexe A, «Vérification d'exactitude et addition d'étalon» dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Interférences

Bien que moins abondants que le calcium et le magnésium, d'autres ions métalliques polyvalents produisent les mêmes effets de dureté et seront inclus dans le résultat.

Certains métaux de transition et métaux lourds complexent l'indicateur et empêchent le changement de couleur au point de virage.

Le fer n'interfère pas jusqu'à 15 mg/l. Au-delà de cette concentration, il provoque un virage du rouge-orangé au vert qui reste net et peut être utilisé jusqu'à 30 mg/l de fer. Remplacer les cartouches EDTA 0,0800 M ou 0,800 M respectivement par les cartouches CDTA 0,0800 M et 0,800 M si une interférence du fer est probable.

Le manganèse est titré directement jusqu'à 20 mg/l, mais masque le point de virage au-dessus de cette concentration. L'addition d'une mesure de 0,1 g de chlorhydrate d'hydroxylamine monohydraté élève ce niveau à 200 mg/l de manganèse.

## DANGER

**Le cyanure de potassium est un poison mortel. Il doit toujours être ajouté après le tampon hardness 1. Un excès de cyanure de potassium n'affecte pas les résultats. tous les effluents contenant des cyanures doivent être traités en ajoutant un excès de solution alcaline d'hypochlorite de sodium (eau de javel) sous agitation. Utiliser une bonne ventilation. Laisser reposer 24 heures avant d'éliminer.**

Le cuivre et l'aluminium interfèrent à des concentrations de 0,10 et 0,20 mg/l respectivement. Le cobalt et le nickel interfèrent à toutes les concentrations et doivent être absents ou masqués. Une mesure de 0,5 g de cyanure de potassium élimine l'interférence de 100 mg/l de cuivre, 100 mg/l de zinc, 100 mg/l de cobalt et 100 mg/l de nickel. Une mesure de 1,0 g augmente la concentration permise d'aluminium à 1 mg/l. Les métaux masqués avec du cyanure ne feront pas parti des résultats de dureté.

L'orthophosphate donne un virage lent et le polyphosphate doit être absent pour des résultats exacts.

L'acidité et l'alcalinité à 10.000 mg/l (en CaCO<sub>3</sub>) n'interfèrent pas.

Les solutions saturées de chlorure de sodium ne donnent pas un point de virage distinct, mais le titrage peut être effectué directement sur les échantillons d'eau de mer.

L'addition d'une gélule de CDTA, sel de magnésium, élimine l'interférence des métaux jusqu'aux concentrations suivantes :

**Tableau 3**

Métal	Le CDTA élimine les interférences au-dessous de ce niveau
Aluminium	50 mg/l
Cobalt	200 mg/l
Cuivre	100 mg/l
Fer	100 mg/l
Manganèse	200 mg/l
Nickel	400 mg/l
Zinc	300 mg/l

Si plus d'un métal est présent à ou au-dessus des concentrations indiquées ci-dessus, une gélule supplémentaire de CDTA sel de magnésium peut être nécessaire.

Les résultats obtenus par cette technique incluent la dureté due aux métaux. Si la concentration de chaque métal est connue, une correction peut être appliquée pour obtenir la dureté due au calcium et magnésium. L'équivalent en dureté (en mg/l de CaCO<sub>3</sub>) apporté par chaque mg/l de métal est listé ci-dessous et peut être soustrait de la valeur de dureté totale obtenue ci-dessus pour obtenir la dureté due au calcium et magnésium.

**Tableau 4**

Métal	Facteur d'équivalence en dureté
Aluminium	3.710
Baryum	0.729
Cobalt	1.698
Cuivre	1.575
Fer	1.792
Manganèse	1.822
Nickel	1.705
Strontium	1.142
Zinc	1.531

Le baryum, le strontium et le zinc sont titrés directement.

Les échantillons fortement tamponnés ou ayant un pH extrême peuvent dépasser le pouvoir tampon des réactifs et nécessiter un prétraitement de l'échantillon.

## Principe de la méthode

Après avoir tamponné l'échantillon à pH 10,1, l'indicateur ManVer 2 est ajouté, et forme un complexe rouge avec une partie du calcium et du magnésium dans l'échantillon. Le titrant EDTA réagit d'abord avec les ions calcium et magnésium libres, puis avec ceux liés à l'indicateur, provoquant un changement de couleur du rouge au bleu pur au point de virage.

---

### Réactifs nécessaires

Réf. n°	Désignation	Unité
	Kit de réactifs dureté totale (environ 100 essais)	
24478-00	<b>1-16 G.d.h.</b> contenant : (1) 424-37, (1) 851-99, (1) 14960-01	
24479-00	<b>10-100+ G.d.h.</b> contenant : (1) 424-37, (1) 851-99, (1) 14959-01	
24480-00	<b>10-160 mg/l</b> contenant : (1) 424-37, (1) 851-99, (1) 14364-01	
24481-00	<b>100-4.000 mg/l</b> contenant : (1) 424-37, (1) 851-99, (1) 14399-01	
Réf. n°	Désignation	Unité
272-56	Eau désionisée.....	4 l
851-99	Indicateur ManVer 2 en gélules.....	paq. 100
424-32	Tampon Hardness 1 en gélules.....	100 ml CGG
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
14364-01	Cartouche EDTA, 0,0800 M .....	1
14960-01	Cartouche EDTA, 0,1428 M .....	1
14959-01	Cartouche EDTA, 0,714 M .....	1
14399-01	Cartouche EDTA, 0,800 M .....	1

### Appareillage nécessaire

505-46	Fiole, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
508-38	Eprouvette graduée, 10 ml .....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml .....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml .....	1
508-42	Eprouvette graduée, 100 ml .....	1

### Réactifs optionnels

152-49	Acide nitrique ACS .....	500 ml
2540-49	Acide nitrique au 1/2 .....	500 ml
14736-32	Ammonium hydroxyde, 10 % .....	100 ml CGG*
121-53	Calcium chlorure, solution 1000 mg/l en CaCO <sub>3</sub> .....	1000 ml
14402-01	Cartouche CDTA 0,0800 M .....	1
14403-01	Cartouche CDTA 0,800 M .....	1
246-14	Hydroxylamine chlorhydrate, H <sub>2</sub> O ACS.....	113 g
280-14	Indicateur ManVer 2 en poudre .....	113 g
425-32	Indicateur ManVer 2 en solution.....	100 ml CGG*
767-14	Potassium cyanure ACS.....	125 g
2187-10	Voluette-étalon dureté, 10.000 mg/l en CaCO <sub>3</sub> , 10 ml.....	paq. 16
14080-99	Gélules CDTA sel de magnésium .....	paq. 100

---

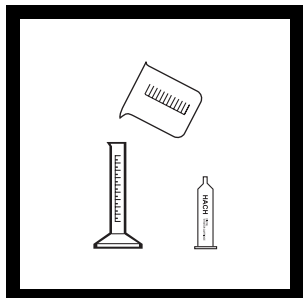
\* Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.



**Appareillage optionnel**

Réf. n°	Désignation	Unité
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir .....	paq. 5
511-00	Cuiller de mesure 0,1 g .....	1
907-00	Cuiller de mesure 0,5 g .....	1
510-00	Cuiller de mesure 1,0 g .....	1
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
21856-96	Em bouts pour pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml .....	paq. 50
326-00	Noix de serrage .....	1
391-33	Papier pH 1-11 .....	paq. 5
51700-10	p H-mètre <i>sension1</i> portatif .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml .....	1
14515-20	Pipette jaugée, classe A, 20 ml .....	1
14515-40	Pipette jaugée, classe A, 25 ml .....	1
14515-41	Pipette jaugée, classe A, 50 ml .....	1
14515-42	Pipette jaugée, classe A, 100 ml .....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml .....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
14651-00	Poire à pipetter .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	Ti traStir, agitateur / statif 115 V .....	1
48600-22	Electrode pH HachOne combinaison, avec température .....	1
21968-00	Kit briseur d'ampoule Voluette .....	1

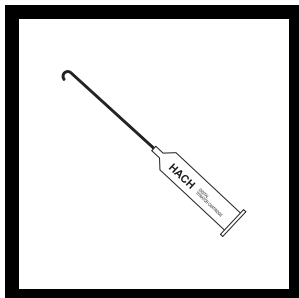
Pour déterminer la dureté totale et calcique dans les échantillons ayant une dimension d'échantillon limitée, suivre cette technique. Calculer le magnésium par la différence.



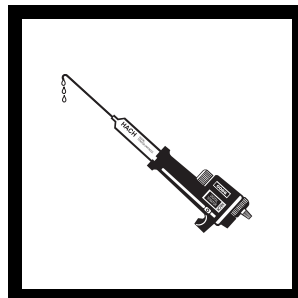
**1.** Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante EDTA correspondant à la concentration prévue de dureté en mg/l ou [Tableau 2](#) pour la concentration en degrés allemands de dureté (G.d.h.).

**Note :** Un degré allemand de dureté égal 17,9 mg/l de dureté comme CaCO<sub>3</sub>.

**Note :** Si l'échantillon ne peut pas être analysé immédiatement, ajouter 1,5 ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour préserver l'échantillon et pour éviter l'absorption de calcium à la paroi du récipient. Stocker dans un réfrigérateur. Les échantillons préservés de cette manière seront stable pendant une semaine. Neutraliser au pH7 avant d'effectuer le test.

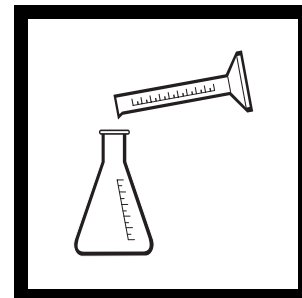


**2.** Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.

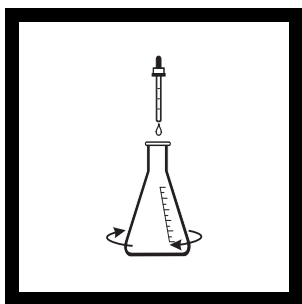


**3.** Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



**4.** Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml. Diluer à environ 100 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.



**5.** Ajouter 2 ml d'hydroxyde de potassium 8 N et agiter pour mélanger.

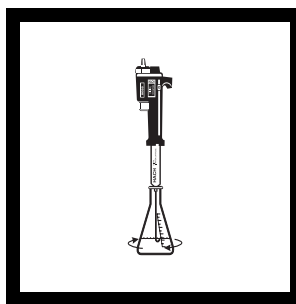
**Note :** Pour des volumes de 50 ml ou moins, utiliser 1 ml.

**Note :** Le magnésium n'est pas pris en compte dans le titrage, mais doit être présent pour un virage net. En absence connue de magnésium, ajouter 1 ou 2 gouttes de solution de magnésium, 10 g/l en  $\text{CaCO}_3$ .



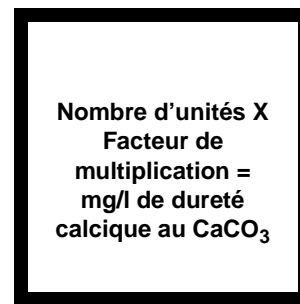
**6.** Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur CalVer 2 et agiter pour mélanger.

**AVERTISSEMENT**  
**Ne pas utiliser le cyanure de potassium pour éliminer les interférences, ou un gaz toxique se développera dans les étapes qui suivent.**



**7.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'EDTA jusqu'à virage du rose au bleu. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Note :** Titrer lentement au voisinage du point de virage, car la réaction est lente, particulièrement dans les échantillons froids.



Nombre d'unités X  
 Facteur de multiplication =  
 mg/l de dureté  
 calcique au  $\text{CaCO}_3$

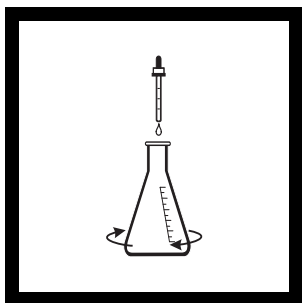
**8.** Calculer :

Nombre d'unités X  
 Facteur de multiplication  
 (Tableau 1) = mg/l de dureté  
 calcique au  $\text{CaCO}_3$ .

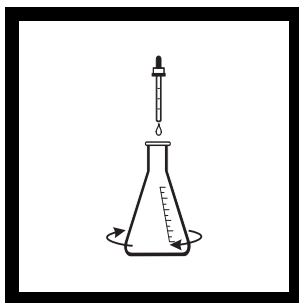
ou

Nombre d'unités X  
 Facteur de multiplication  
 (Tableau 2) = G.d.h.

**Note :** Ne pas remettre le compte à zéro.



**9.** Après avoir terminé le titrage du calcium, ajouter 1 ml de solution d'acide sulfurique 5,25 N, puis continuer à ajouter de l'acide goutte à goutte en agitant jusqu'à ce que la couleur vire du bleu pur au violet, puis au bleu et finalement au rouge. Agiter la fiole pour redissoudre tout le précipité d'hydroxyde de magnésium.

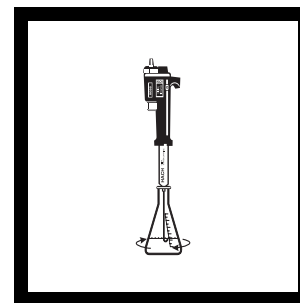


**10.** Ajouter 2 ml de tampon Hardness 1 et agiter pour mélanger.



**11.** Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur ManVer 2 et agiter pour mélanger.

**12.** Quatre gouttes d'indicateur ManVer en solution ou une mesure de 0,1 g d'indicateur ManVer 2 en poudre peuvent être utilisés à la place de la gélule.



**13.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'EDTA jusqu'à virage du rouge au bleu pur. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Note :** Titrer lentement en approchant du point de virage car la réaction est lente, particulièrement dans les échantillons froids.

# DUREÉ, Total, Séquentielle

Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l de dureté  
totale en CaCO<sub>3</sub>

dureté totale –  
dureté calcique =  
dureté magnésienne

**14.** Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication  
(Tableau 1) = mg/l de dureté  
totale en CaCO<sub>3</sub>.

ou

**15.** Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication  
(Tableau 2) = G.d.h.

**16.** Le premier titrage donne  
la dureté calcique en mg/l et le  
second donne la dureté totale  
en mg/l. La différence entre les  
valeurs est la dureté magné-  
sienne en mg/l.

dureté totale (mg/l CaCO<sub>3</sub>) –  
dureté calcique (mg/l CaCO<sub>3</sub>)  
= dureté magnésienne  
(mg/L CaCO<sub>3</sub>)

**Note :** Voir [Relations entre  
duretés](#) ci-dessus pour les fac-  
teurs de conversion.

Tableau 1

Gamme (mg/l en CaCO <sub>3</sub> )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche EDTA N	N° Référence	Facteur de multiplication
10-40	100	0,0800	14364-01	0,1
40-160	25	0,0800	14364-01	0,4
100-400	100	0,800	14399-01	1,0
200-800	50	0,800	14399-01	2,0
500-2000	20	0,800	14399-01	5,0
1000-4000	10	0,800	14399-01	10,0

Tableau 2

Gamme (G.d.h.)	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche EDTA N	N° Référence	Facteur de multiplication
1-4	100	0,1428	14960-01	0,01
4-16	25	0,1428	14960-01	0,04
10-40	50	0,714	14959-01	0,1
25-100	20	0,714	14959-01	0,25
>100	10	0,714	14959-01	0,5

## Relations entre duretés

$$\text{mg/l Mg Hardness as CaCO}_3 = \text{mg/l Total Hardness as CaCO}_3 - \text{mg/l Ca Hardness as CaCO}_3$$

$$\text{mg/l MgCO}_3 = \text{mg/l Mg Hardness as CaCO}_3 \times 0,842$$

$$\text{mg/l Mg} = \text{mg/l MgCO}_3 \times 0,29$$

## Interférences

### AVERTISSEMENT

**Ne pas utiliser le cyanure de potassium pour éliminer les interférences parce qu'il produira un gaz mortel de cyanure d'hydrogène quand la solution acide sulfurique est ajoutée dans l'étape 9.**

Bien que moins abondants que le calcium et le magnésium, d'autres ions métalliques polyvalents produisent les mêmes effets de dureté et seront inclus dans le résultat.

Certains métaux de transition et métaux lourds complexent l'indicateur et empêchent le changement de couleur au point de virage.

Le fer n'interfère pas jusqu'à 15 mg/l. Au-delà de cette concentration, il provoque un virage du rouge-orangé au vert qui reste net et peut être utilisé jusqu'à 30 mg/l de fer. Remplacer les cartouches EDTA 0,0800 M ou 0,800 M respectivement par les cartouches CDTA 0,0800 M et 0,800 M si une interférence du fer est probable.

Le manganèse est titré directement jusqu'à 20 mg/l, mais masque le point de virage au-dessus de cette concentration. L'addition d'une mesure de 0,1 g de chlorhydrate d'hydroxylamine monohydraté élève ce niveau à 200 mg/l de manganèse.

Le cuivre et l'aluminium interfèrent à des concentrations de 0,10 et 0,20 mg/l respectivement. Le cobalt et le nickel interfèrent à toutes les concentrations et doivent être absents ou masqués.

L'orthophosphate donne un virage lent et le polyphosphate doit être absent pour des résultats exacts.

L'acidité et l'alcalinité à 10.000 mg/l (en CaCO<sub>3</sub>) n'interfèrent pas.

Les solutions saturées de chlorure de sodium ne donnent pas un point de virage distinct, mais le titrage peut être effectué directement sur les échantillons d'eau de mer.

L'addition d'une gélule de CDTA, sel de magnésium, élimine l'interférence des métaux jusqu'aux concentrations suivantes ([Tableau 3](#)).

Si plus d'un métal est présent à ou au-dessus des concentrations indiquées ci-dessus, une gélule supplémentaire de CDTA sel de magnésium peut être nécessaire ([Tableau 3](#)).

Les résultats obtenus par cette technique incluent la dureté due aux métaux. Si la concentration de chaque métal est connue, une correction peut être appliquée pour obtenir la dureté due au calcium et magnésium. L'équivalent en dureté (en mg/l de CaCO<sub>3</sub>) apporté par chaque mg/l de métal est listé ci-dessous ([Tableau 4](#)) et peut être soustrait de la valeur de dureté totale obtenue ci-dessus pour obtenir la dureté due au calcium et magnésium.

Le baryum, strontium, et zinc titrent directement.

Tableau 3

Métal	Le CDTA élimine les interférences au-dessous de ce niveau
Aluminium	50 mg/L
Cobalt	200 mg/L
Copper	100 mg/L
Iron	100 mg/L
Manganese	200 mg/L
Nickel	400 mg/L
Zinc	300 mg/L

Tableau 4

Métal	Dureté comme CaCO <sub>3</sub> contribué par chaque mg/l de métal
Aluminium	3,710
Barium	0,729
Cobalt	1,698
Copper	1,575
Iron	1,792
Manganese	1,822
Nickel	1,705
Strontium	1,142
Zinc	1,531

## Réactifs nécessaires\*

Réf. n°	Désignation	Unité
	Kit de réactifs calcium et magnésium (environ 100 essais)	
24485-00	<b>10-100+ G.d.h</b> contenant : (1) 282-32, (1) 424-32, (1) 928-99, (1) 947-99, (1) 2449-32, (1) 14959-01	
24486-00	<b>10-160 mg/l</b> contenant : (1) 282-32, (1) 424-32, (1) 928-99, (1) 947-99, (1) 2449-32, (1) 14364-01	
24487-00	<b>100-4.000 mg/l</b> contenant : (1) 282-32, (1) 424-32, (1) 928-99, (1) 947-99, (1) 2449-32, (1) 14399-01	
272-56	Eau désionisée.....	4 l
282-37	Potassium hydroxyde 8,00 N.....	100 ml CGG**
947-99	Indicateur CalVer 2 en gélules de poudre .....	paq. 100
424-32	Tampon Hardness 1 en solution.....	100 ml CGG
928-99	Indicateur dureté ManVer 2 en gélules de poudre .....	paq. 100
2449-32	Acide sulfurique 5,25 N.....	100 ml CGG
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
14364-01	Cartouche EDTA 0,0800 M .....	1
14960-01	Cartouche EDTA 0,1428 M .....	1
14959-01	Cartouche EDTA 0,714 M .....	1
14399-01	Cartouche EDTA 0,800 M .....	1

\* D'autres réactifs et appareillage sont indiqués dans les techniques spécifiques.

\*\* Flacon compte-gouttes marqué. Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.

## Appareillage nécessaire

Réf. n°	Désignation	Unité
505-46	Fiole, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
508-38	Eprouvette graduée, 10 ml .....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml .....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml .....	1
508-42	Eprouvette graduée, 100 ml .....	1

## Réactifs optionnels

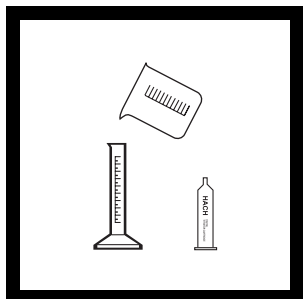
152-49	Acide nitrique ACS .....	500 ml
2187-10	Voluette-étalon dures, 10.000 mg/l en CaCO <sub>3</sub> , 10 ml.....	paq. 16
14080-99	Gélules CDTA sel de magnésium .....	paq. 100
14402-01	Cartouche de titrage CDTA, 0,08 M .....	1
14403-01	Cartouche de titrage CDTA, 0,8 M .....	1
425-32	Solution d'essai Hardness 2.....	100 ml CGG
246-14	Hydroxylamine chlorhydrate.....	113 g

## Appareillage optionnel

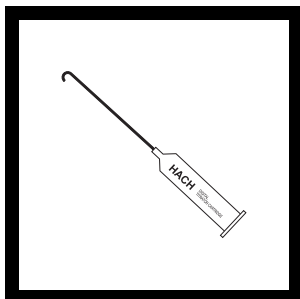
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir .....	paq. 5
511-00	Cuiller de mesure 0,1 g .....	1
907-00	Cuiller de mesure 0,5 g .....	1
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1-1,0 ml.....	paq. 50
391-33	Papier pH 1-11 .....	paq. 5
51700-10	pH-mètre <i>sensio1</i> portatif .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml .....	1
14515-20	Pipette jaugée, classe A, 20 ml .....	1
14515-40	Pipette jaugée, classe A, 25 ml .....	1
14515-41	Pipette jaugée, classe A, 50 ml .....	1
14515-42	Pipette jaugée, classe A, 100 ml .....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1-1,0 ml.....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
14651-00	Poire à pipetter .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V .....	1
21968-00	Kit briseur d'ampoule Voluette .....	1
326-00	Noix de serrage.....	1

## Methode 8214

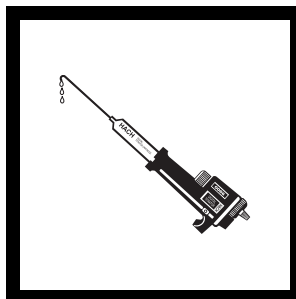
## Technique utilisant la Cartouche de Titrage TitraVer (10 - 1000 mg/l as Fe)



1. Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante TitraVer correspondant à la concentration prévue de fer (Fe).

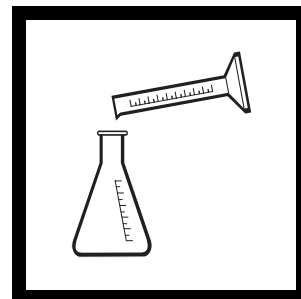


2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

*Note : Pour plus de convection, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).*



4. Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 125 ml. Diluer à environ 50 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.



5. Ajouter le contenu d'une gélule de tampon citrate et agiter pour mélanger.

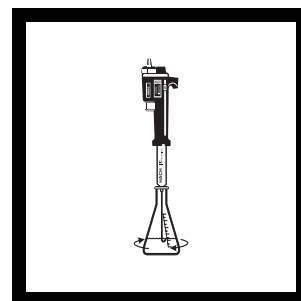


6. Ajouter le contenu d'une gélule de périodate de sodium et agiter pour mélanger.

*Note : Une coloration jaune se développe si l'échantillon contient du fer.*



7. Ajouter le contenu d'une gélule d'acide sulfosalicylique et agiter pour mélanger. En présence de fer, une coloration rouge se développe.



8. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution de TitraVer jusqu'à virage à la coloration jaune initiale. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l de fer (Fe)**

9. Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l de fer (Fe).



Tableau 1

Gamme (mg/l en Fe)	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche (M TitraVer)	N° Référence	Facteur de multiplication
10-40	50	0,0716	20817-01	0,1
25-100	20	0,0716	20817-01	0,25
100-400	50	0,716	20818-01	1,0
250-1000	20	0,716	20818-01	2,5

## Vérification d'exactitude

### Méthode d'addition d'étalon

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,5 ml d'étalon à l'échantillon, à l'étape 7. Reprendre le titrage jusqu'au même point de virage. Noter le nombre d'unités supplémentaires nécessaires.
2. Répéter avec deux additions supplémentaires de 0,5 ml. Titrer jusqu'au point de virage après chaque addition.
3. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter 10 unités supplémentaires de titrant 0,716 M ou 100 unités de titrant 0,0716 M. Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

## Principe de la méthode

Le fer ( $Fe^{2+}$ ) est oxydé par le periodate de sodium en fer ferrique ( $Fe^{3+}$ ). En présence d'acide sulfosalicylique, l'ion ferrique forme un complexe rouge. La coloration rouge de la solution disparaît pendant le titrage. L'acide citrique est utilisé pour tamponner la solution et stabiliser l'ion ferrique en solution.

## Réactifs nécessaires

(varient avec les caractéristiques de l'échantillon).

Réf. n°	Désignation	Unité
	Kit de réactifs fer (environ 100 essais)	
24492-00	<b>10-100 mg/l</b> contenant : (1) 984-99, (1) 20815-99, (1) 20816-69, (1) 20817-01	
24493-00	<b>100-1000 mg/l</b> contenant : (1) 984-99, (1) 20815-99, (1) 20816-69, (1) 20818-01	
Réf. n°	Désignation	Unité
20816-69	Acide sulfosalicylique en gélules.....	paq. 100
20817-01	Cartouche TitraVer solution, 0,0716 M.....	1
20818-01	Cartouche TitraVer solution, 0,716 M.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
984-99	Sodium périodate en gélules.....	paq. 100
20815-99	Tampon citrate en gélules .....	paq. 100

## Appareillage nécessaire

Réf. n°	Désignation	Unité
505-43	Fiole, Erlenmeyer, 125 ml .....	1
968-00	Pince coupante .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml .....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml .....	1

## Réactif optionnel

2271-42	Solution étalon Fer, 1000 mg/l Fe .....	100 ml
---------	---	--------

## Appareillage optionnel

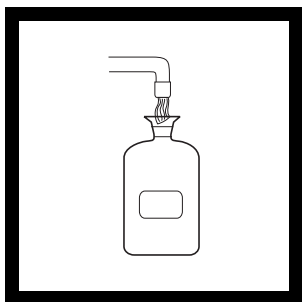
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir .....	paq. 5
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1- 1,0 ml.....	paq. 50
326-00	Noix de serrage .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
14515-40	Pipette jaugée, 25,0 ml, Classe A .....	1
14515-41	Pipette jaugée, 50,0 ml, Classe A .....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml.....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
14651-00	Poire à pipetter .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V .....	1

Methode 8215 et 8332

Modification Azide de la Méthode Winkler  
(1 à plus de 10 mg/l comme OD)

## Technique avec Flacon DBO 300 ml

Methode 8215



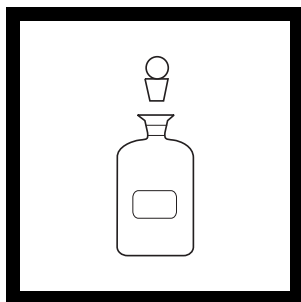
**1.** Prélever un échantillon d'eau dans un flacon DBO de 300 ml propre.

**Note :** Laisser l'échantillon déborder du flacon pendant 2 à 3 minutes pour chasser les bulles d'air qui pourraient adhérer à la paroi.

**Note :** Si l'échantillon ne peut pas être titré immédiatement, voir [Prélèvement et stockage en page 94](#).

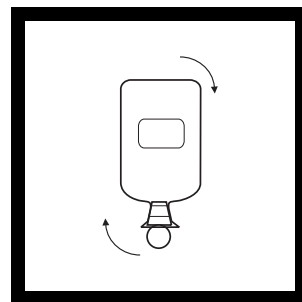


**2.** Ajouter le contenu d'une gélule de sulfate de manganèse et d'une gélule d'azohydrate-iodure alcalin.



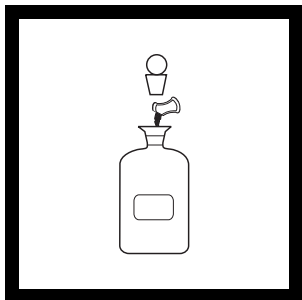
**3.** Placer immédiatement le bouchon sans enfermer d'air dans le flacon. Retourner plusieurs fois pour mélanger.

**Note :** Un précipité floconneux se forme. Il est brun orangé en présence d'oxygène et blanc en absence d'oxygène. En eau salée, le floculat peut ne pas décanter complètement ; attendre 5 minutes avant de passer à l'étape 5.



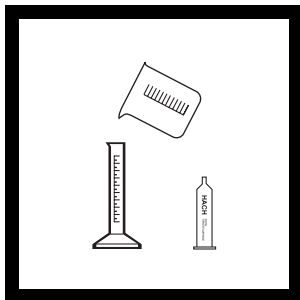
**4.** Attendre que le floculat dans le flacon décanse. Inverser à nouveau le flacon plusieurs fois et attendre que le floculat décanse.

**Note :** Il est nécessaire de laisser décanter deux fois le floculat pour que la réaction entre l'échantillon et les réactifs soit complète.

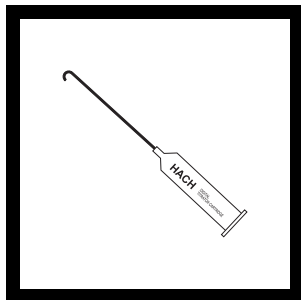


**5.** Retirer le bouchon et ajouter le contenu d'une gélule d'acide sulfamique. Replacer le bouchon sans enfermer de bulle d'air dans le flacon et retourner plusieurs fois pour mélanger.

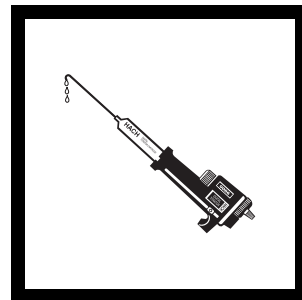
**Note :** Le floculat se dissout et une coloration jaune se développe si l'échantillon contient de l'oxygène.



**6.** Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon et la cartouche de solution titrante de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) correspondant à la concentration prévue d'oxygène dissous.

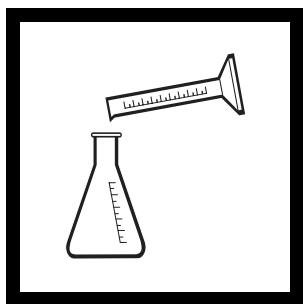


**7.** Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.

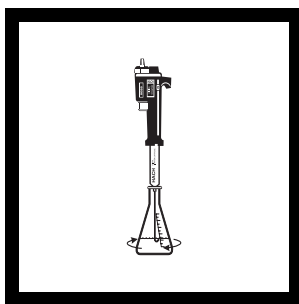


**8.** Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compte à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

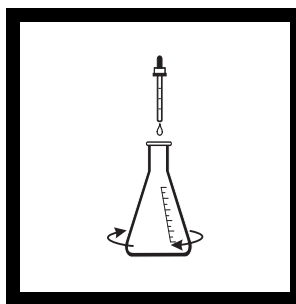
**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur *TitraStir*. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



**9.** Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml.

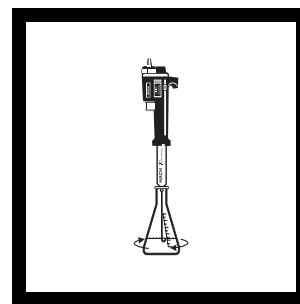


**10.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à coloration jaune pâle de la solution.



**11.** Ajouter le contenu de 2 compte-gouttes de solution d'amidon et agiter pour mélanger.

*Note : Une coloration bleue intense se développe.*



**12.** Continuer à titrer jusqu'à virage du bleu à l'incolore. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**Nombre d'unités X  
Facteur de  
multiplication =  
mg/l d'oxygène  
dissous**

**13.** Calculer :

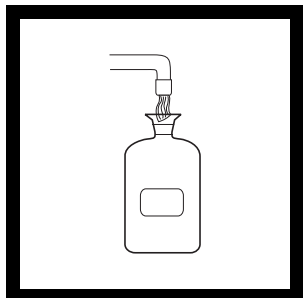
Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l d'oxygène dissous.

**Tableau 1**

Gamme (mg/l en OD)	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> N)	N° Référence	Facteur de multiplication
1-5	200	0,200	22675-01	0,01
2-10	100	0,200	22675-01	0,02
10+	200	2,000	14401-01	0,1

## Technique avec Flacon DBO 60 ml

Methode 8332



**1.** Prélever un échantillon d'eau dans un flacon DBO bouché émeri de 60 ml propre.

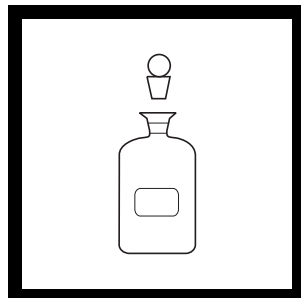
**Note :** Laisser l'échantillon déborder du flacon pendant 2 à 3 minutes pour chasser les bulles d'air qui pourraient adhérer à la paroi.

**Note :** Si l'échantillon ne peut pas être titré immédiatement, voir [Prélèvement et stockage](#) en page 94.

**Note :** Suivre cette technique lors de l'utilisation d'un flacon DBO bouché émeri de 60 ml qui est fourni avec le laboratoire portable DREL.

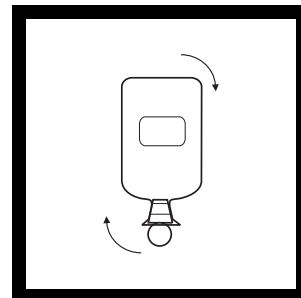


**2.** Ajouter le contenu d'une gélule de réactif oxygène dissous 1 et d'une gélule de réactif oxygène dissous 2.



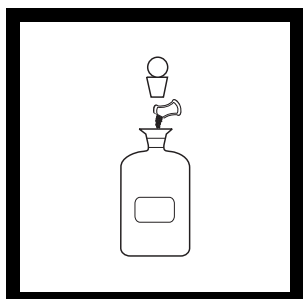
**3.** Placer immédiatement le bouchon sans enfermer d'air dans le flacon. Retourner plusieurs fois pour mélanger.

**Note :** Un précipité floconneux se forme. Il est brun orangé en présence d'oxygène et blanc en absence d'oxygène. En eau salée, le floculat peut ne pas décanter complètement ; attendre 5 minutes avant de passer à l'étape 5.



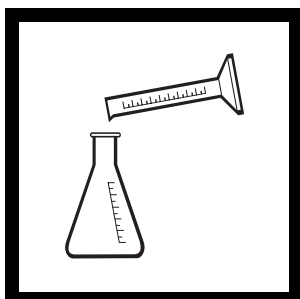
**4.** Laisser reposer pour que le floculat dans le flacon décanter et laisse la moitié supérieure de la solution claire. Inverser à nouveau le flacon plusieurs fois et attendre que le floculat décanter.

**Note :** Les résultats ne sont pas affectés si le floculat ne décanter pas ou si une partie du réactif en poudre ne se dissout pas.

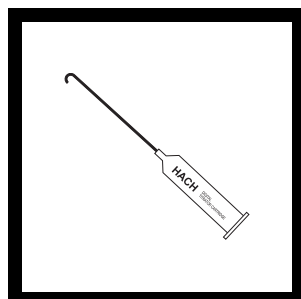


**5.** Retirer le bouchon et ajouter le contenu d'une gélule d'acide sulfamique. Replacer le bouchon sans enfermer de bulle d'air dans le flacon et retourner plusieurs fois pour mélanger.

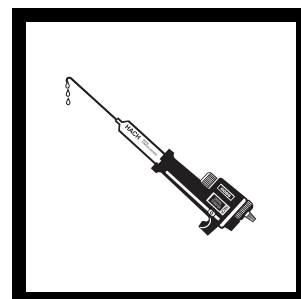
**Note :** Le floculat se dissout et une coloration jaune se développe si l'échantillon contient de l'oxygène.



**6.** Mesurer exactement 20 ml de la solution préparée et transférer dans une fiole Erlenmeyer de 125 ml.

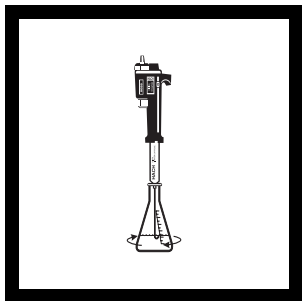


**7.** Fixer un capillaire propre sur la cartouche. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2](#) en page 11 pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



**8.** Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compte à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2](#) en page 11.



Nombre d'unités X  
0,1 =  
mg/l d'oxygène  
dissous

**9.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à virage du jaune à l'incolore. Noter le nombre d'unités nécessaires.

**10.** Calculer :  
Nombre d'unités X 0,1 =  
mg/l d'oxygène dissous.

---

## Prélèvement et stockage

Un prélèvement et une manipulation convenables sont essentiels pour l'exactitude de chaque analyse. Le contenu de l'oxygène dissous d'un échantillon change selon la profondeur, la turbulence, la température, les dépôts organiques, la lumière, l'action microbienne, l'agitation, le temps de voyage, et d'autres facteurs. Un seul test d'oxygène dissous reflète rarement la condition générale de l'eau. Les meilleurs résultats pourront être obtenus en effectuant une série d'analyses avec des échantillons prélevés à plusieurs endroits et profondeurs, et à des temps différents.

Utiliser des flacons DBO propres pour collectionner les échantillons (voir étape 1). Si le stockage est nécessaire, effectuer les étapes 1 à 5 de la technique, et stocker dans le noir à 10-20° C. Sceller le flacon avec de l'eau en versant un petit volume de l'eau dans la région des lèvres évasées. Placer un bouchon du flacon DBO sur la lèvre évasée. Les échantillons préservés de cette méthode peuvent être stockés pendant 4-8 heures. Lors de l'analyse, commencer par étape 6.

## Vérification d'exactitude

Une solution titrée d'iodate-iodure équivalente à 10 mg/l d'oxygène dissous est disponible pour vérifier le titre de la solution de thiosulfate de sodium. Pour la technique avec le flacon DBO de 300 ml, commencer l'analyse à l'étape 5 en ajoutant le contenu de la gélule d'acide sulfamique. Pour la technique avec le flacon DBO de 60 ml, commencer l'analyse à l'étape 5 en ajoutant le contenu de la gélule de réactif oxygène dissous 3. Le titrage devrait prendre 10 ml. Un résultat trop élevé (supérieur à 10,5 mg/l d'oxygène dissous) indique que le titre de la solution de thiosulfate a baissé et que la solution doit être remplacée.

## Interférences

L'interférence des nitrites est éliminée par l'azothydrate contenu dans les réactifs. Les autres substances réductrices ou oxydantes peuvent interférer. Dans ce cas, utiliser une autre méthode, telle que la méthode colorimétrique oxygène dissous forte concentration (HRDO) ou une électrode oxygène dissous.

## Principe de la méthode

Les échantillons sont traités par le sulfate de manganèse et l'azothydrate-iodure alcalin pour former un précipité brun orangé. Par acidification de l'échantillon, ce précipité réagit avec l'iodure pour produire de l'iode libre sous forme  $I_3^-$ , en quantité proportionnelle à la concentration de l'oxygène. L'iode est titré par le thiosulfate de sodium jusqu'à virage de l'amidon.

### Réactifs nécessaires

(varient avec les caractéristiques de l'échantillon).

Réf. n°	Désignation	Unité
22722-00	Kit de réactifs oxygène dissous (environ 50 essais) contenant : (2) 1072-68, (2) 1071-68, (1) 22675-01, (1) 349-32, (2) 20762-68	
349-32	Amidon en solution.....	100 ml CGG*
20762-68	Acide sulfamique en gélules .....	paq. 25
22675-01	Cartouche sodium thiosulfate 0,200 N.....	1
14401-01	Cartouche sodium thiosulfate 2,00 N.....	1
1072-68	Iodure alcalin-azothydrate en gélules.....	paq. 25
1071-68	Manganèse (II) sulfate en gélules .....	paq. 25

### Appareillage nécessaire avec le flacon DBO 300 mL

508-46	Eprouvette graduée, 250 ml.....	1
505-46	Fiole, Erlenmeyer, 250 ml .....	1
621-00	Flacon DBO bouché émeri 300 mL.....	1
968-00	Pince coupante .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1

### Réactifs nécessaires avec le flacon DBO 60 mL

22675-01	Cartouche sodium thiosulfate 0,200 N.....	1
981-99	Réactif oxygène dissous 1 en gélules.....	paq. 100
982-99	Réactif oxygène dissous 2 en gélules.....	paq. 100
987-68	Réactif oxygène dissous 3 en gélules.....	paq. 25

### Appareillage nécessaire avec le flacon DBO 60 mL

1081-41	Eprouvette graduée, 50 ml.....	1
505-43	Fiole, Erlenmeyer, 125 ml .....	1
1909-02	Flacon D60 bouché émeri 60 ml .....	1
968-00	Pince coupante .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1

### Réactif optionnel

401-49	Iodate-iodure, solution 10 g/l en oxygène .....	500 ml*
--------	---	---------

\* Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.

# OXYGÈNE DISSOUS

---

## Appareillage optionnel

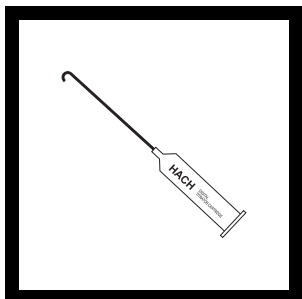
Réf. n°	Désignation	Unité
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires, 90° avec crosse .....	paq. 5
17205-00	Capillaires, 180° avec crosse .....	paq. 5
326-00	Noix de serrage .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
427-00	Préleveur d'échantillons, Lab-Line .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V .....	1
2419-06	Bouchon, flacon DBO, plastique .....	1

Des troussees portatives pour les mesures d'oxygène dissous sur le terrain utilisant cette méthode, sont fournies par Hach.

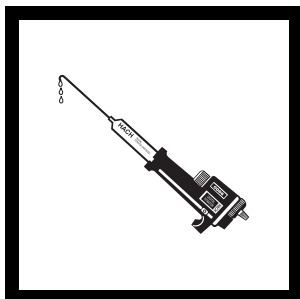


## Methode 10073

## Technique utilisant Nitrate Mercurique (0 - 100 parties pour mille de salinité)

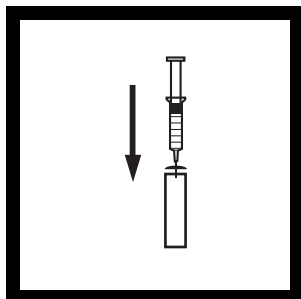


1. Fixer un capillaire propre sur la cartouche de nitrate mercurique 2,570 N. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.

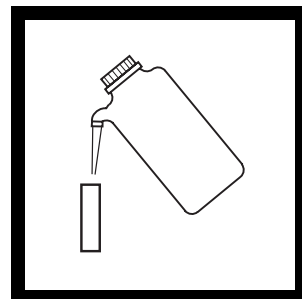


2. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

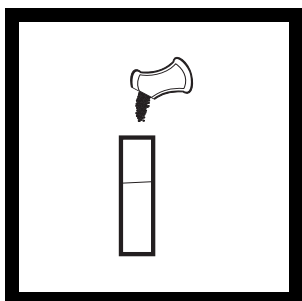
**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur TitraStir. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



3. Avec la seringue 3 ml, prélever un échantillon d'eau de 2,0 ml. Transférer cet échantillon dans le tube gradué.

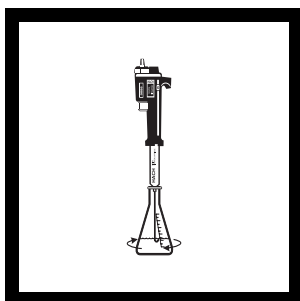


4. Remplir le tube jusqu'au trait 10 ml avec de l'eau désionisée.



5. Ajouter le contenu d'une gélule d'indicateur diphényl-carbazone au tube et agiter pour mélanger.

**Note :** L'exactitude des résultats ne sera pas affectée si une petite partie de la poudre n'est pas dissoute.



6. Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution de nitrate mercurique jusqu'à virage du jaune au rose.

Noter le nombre d'unités nécessaires.



Nombre d'unités X  
10 =  
Salinité en  
parties pour mille

7. Déterminer la salinité de l'échantillon de l'eau en parties pour mille en multipliant la lecture du compteur digital par 0,1.

**Note :** Les résultats peuvent être exprimés en mg/l de chlorure en multipliant par 569 la salinité en parties pour mille. Les résultats peuvent être exprimés en mg/l de chlorure de sodium (NaCl) en multipliant par 940 la salinité en parties pour mille.

## Principe de la méthode

La méthode d'analyse des chlorures au nitrate mercurique est devenue courante en raison du virage franc du jaune au rose-violet de la diphénylcarbazon. Un réactif unique en poudre stable a été mis au point combinant l'indicateur coloré et un tampon approprié pour fixer le pH correct.

---

### Réactifs nécessaires

Réf, n°	Désignation	Unité
22937-01	Cartouche nitrate mercurique 2,570 N.....	1
967-99	Indicateur diphénylcarbazon en gélules.....	paq. 100

### Appareillage nécessaire

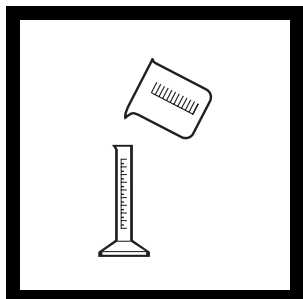
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
43213-00	Seringue 3 cc, embout Luer.....	1
2193-00	Tube gradué 2, 5, 10, 15, 20, 25 ml .....	1

### Appareillage optionnel

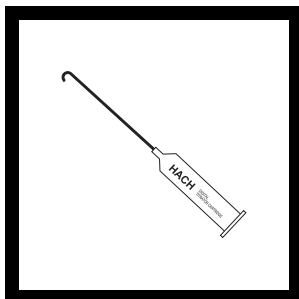
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V.....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V.....	1

## Methode 8216

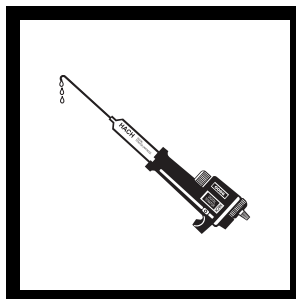
## Technique avec Iodate-Iodure (4 à plus de 400 mg/l comme $\text{SO}_3^{2-}$ )



**1.** Dans le [Tableau 1](#), sélectionner le volume d'échantillon correspondant à la concentration prévue de sulfite ( $\text{SO}_3^{2-}$ ).

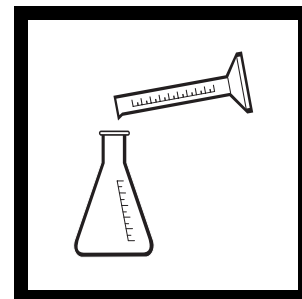


**2.** Fixer un capillaire propre sur la cartouche iodate-iodure ( $\text{KIO}_3\text{-KI}$ ). Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



**3.** Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de solution titrante. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

*Note :* Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur *TitraStir*. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



**4.** Au moyen d'une pipette ou d'une éprouvette graduée, mesurer le volume d'échantillon sélectionné. Transférer l'échantillon dans une fiole Erlenmeyer de 125 ml. Diluer à environ 50 ml avec de l'eau désionisée si nécessaire.

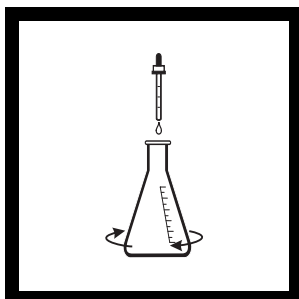
*Note :* Éviter toute agitation excessive tout au long de la technique.

*Note :* Voir [Prélèvement et stockage en page 100](#).

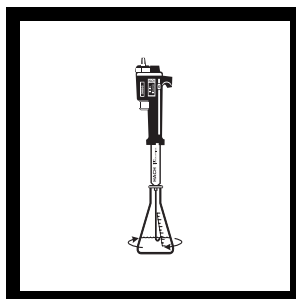


**5.** Ajouter le contenu d'une gélule de réactif oxygène dissous 3 et agiter doucement pour mélanger.

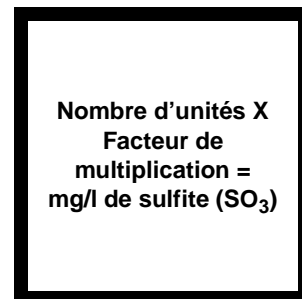
*Note :* La gélule de réactif en poudre peut être remplacée par 0,5 ml de solution d'acide sulfurique 19,2 N.



**6.** Ajouter le contenu d'un compte-gouttes de solution d'amidon et agiter pour mélanger.



**7.** Placer le capillaire dans la solution et agiter la fiole tout en titrant avec la solution d'iodate-iodure jusqu'à virage persistant au bleu. Noter le nombre d'unités nécessaires.



**8.** Calculer :

Nombre d'unités X  
Facteur de multiplication =  
mg/l de sulfite ( $\text{SO}_3$ ).

*Note :* Pour exprimer la concentration sous d'autres formes de sulfite, multiplier les mg/l  $\text{SO}_3^{2-}$  déterminés à l'étape 8 par le facteur approprié du [Tableau 2](#).

Tableau 1

Gamme (mg/l en $\text{SO}_3^{2-}$ )	Volume d'échantillon (ml)	Cartouche ( $\text{KIO}_3$ -KI N)	N° Référence	Facteur de multiplication
Jusqu'à 160	50	0,3998	14961-01	0,4
100-400	20	0,3998	14961-01	1,0
200-800	10	0,3998	14961-01	2,0
Plus de 400	5	0,3998	14961-01	4,0

Tableau 2

Forme	Facteur
Bisulfite hydrogénosulfite ( $\text{HSO}_3$ )	1,01
Sodium bisulfite, sodium hydrogénosulfite ( $\text{NaHSO}_3$ )	1,30
Sodium métabisulfite, sodium pyrosulfite ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )	1,19
Sodium sulfite ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )	1,58

## Prélèvement et stockage

Les échantillons doivent être analysés immédiatement. Les échantillons chauds doivent être refroidis à 50°C ou au dessous.

## Vérification d'exactitude

### (Méthode d'addition d'étalon)

Cette vérification d'exactitude doit être effectuée lorsque des interférences sont supposées ou pour vérifier la technique analytique.

1. Casser le col d'une ampoule Voluette-étalon sulfite, 5000 mg/l  $\text{SO}_3^{2-}$ .
2. Avec une pipette TenSette, ajouter 0,1 ml d'étalon à l'échantillon titré à l'étape 7. Reprendre le titrage jusqu'au même point de virage. Noter le nombre d'unités supplémentaires nécessaires.
3. Répéter avec deux additions supplémentaires de 0,1 ml. Titrer jusqu'au point de virage après chaque addition.
4. Chaque addition de 0,1 ml d'étalon doit nécessiter 25 unités supplémentaires de titrant. Si ces augmentations uniformes ne se produisent pas, voir [Chapitre 2 en page 21](#) dans ce manuel pour déterminer la cause.

Une solution étalon équivalente à 40 mg/l de sulfite peut être préparée en diluant 10,0 ml de solution de PAO, 0,0250N à 250 ml dans une fiole jaugée. Titrer un échantillon de 50 ml, en utilisant la technique ci-dessus.

## Interférences

Les sulfures, la matière organique et d'autres substances oxydables créent une erreur positive dans le titrage. Le nitrite réagit avec le sulfite et donne un résultat faux par défaut. Certains métaux, particulièrement le cuivre, catalysent l'oxydation de sulfite en sulfate. L'ajout d'une gélule de réactif oxygène dissous 3 par litre d'échantillon, immédiatement après prélèvement, permet d'éliminer les effets des nitrites et du cuivre.

## Principe de la méthode

L'ion sulfite est titré par la solution d'iodate-iodure en milieu acide jusqu'à virage au bleu de l'amidon. Le volume de titrant utilisé est proportionnel à la concentration de sulfite.

### Réactifs nécessaires

Réf. n°	Désignation	Unité
22723-00	Kit de réactifs sulfite (environ 100 essais) contenant : (1) 987-99, (1) 14961-01, (1) 349-32	
349-32	Amidon en solution.....	100 ml CGG*
14961-01	Cartouche iodate-iodure 0,3998 N.....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l
987-99	Réactif oxygène dissous 3 en gélules.....	paq. 100

### Appareillage nécessaire

505-43	Fiole, Erlenmeyer, 125 ml .....	1
968-00	Pince coupante .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
Choisir une ou plusieurs selon la concentration de l'échantillon :		
508-38	Eprouvette graduée, 10 ml .....	1
508-40	Eprouvette graduée, 25 ml .....	1
508-41	Eprouvette graduée, 50 ml .....	1

### Réactifs optionnels

2038-32	Acide sulfurique, solution 19,2 N .....	100 ml CGG
14267-10	Voluette-étalon sulfite, 5000 mg/l SO <sub>3</sub> , 10 ml.....	paq. 16
24093-53	Solution Tampon Thiosulfate de Sodium, 0,025 N .....	1000 ml

### Appareillage optionnel

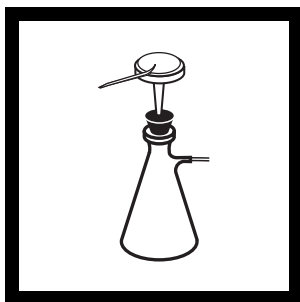
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
41578-00	Capillaires 90° pour TitraStir™.....	paq. 5
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
21856-96	Embouts pour pipette TenSette 0,1 - 1,0 mL.....	paq. 50
547-46	Fiole jaugée, 250 ml.....	1
326-00	Noix de serrage.....	1
21145-00	Pince pour montage.....	1
14515-37	Pipette jaugée, classe A, 5 ml.....	1
14515-38	Pipette jaugée, classe A, 10 ml.....	1
14515-20	Pipette jaugée, classe A, 20 ml.....	1
14515-41	Pipette jaugée, classe A, 50 ml.....	1
19700-01	Pipette TenSette 0,1 - 1,0 ml.....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
14651-00	Poire à pipetter .....	1
563-00	Statif de laboratoire .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V.....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V.....	1
21968-00	Kit briseur d'ampoule Voluette .....	1

\* Unités de vente plus grandes disponibles. Contacter Hach.

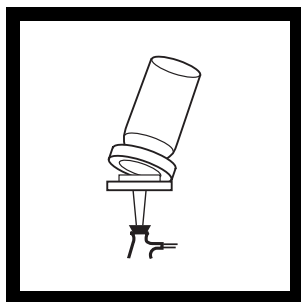
### Phase 1 : Assemblage de Filtration



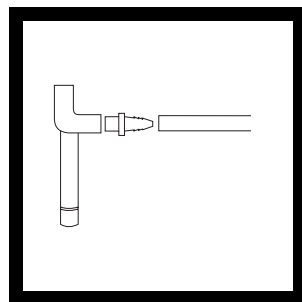
1. Monter l'embase du support de filtre sur une hole à vide de 1.000 ml.



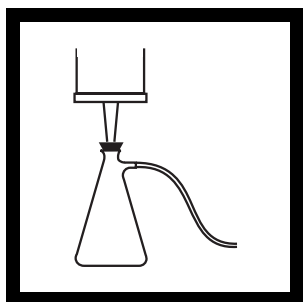
2. Avec les pinces en plastique, placer une membrane filtrante 0,45 micron sur le support de filtre.



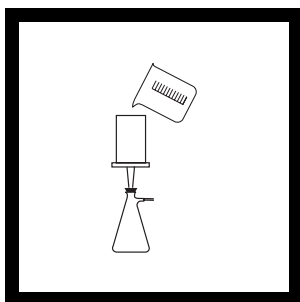
3. Poser le corps du support de filtre sur l'embase.



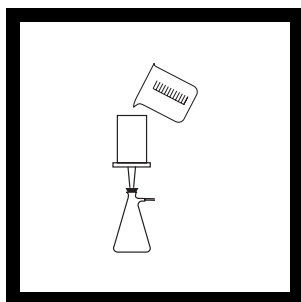
4. Raccorder un tuyau à vide à la trompe à eau et ouvrir le robinet d'eau.



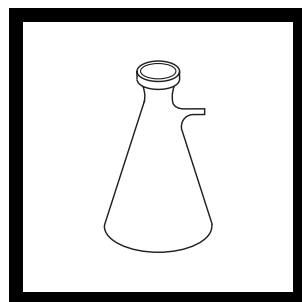
5. Raccorder le tuyau à vide au bras de la fiole à vide.



6. Verser un total de 800 ml environ d'eau désionisée en 3 portions dans l'entonnoir du filtre et laisser filtrer. Eliminer cette eau de rinçage.

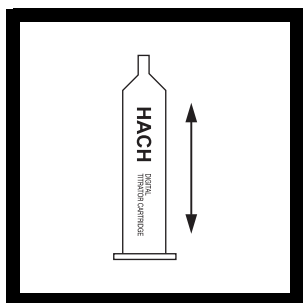


7. A nouveau verser 800 ml d'eau désionisée sur le filtre et recueillir cette eau dans la fiole à vide. Débrancher le tuyau à vide de la fiole et arrêter la trompe à eau.

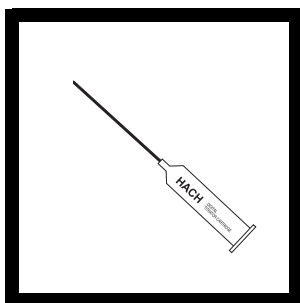


8. Utiliser cette eau désionisée filtrée pour toutes les dilutions de formazine.

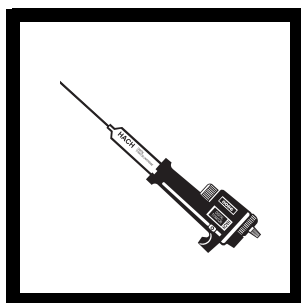
### Phase 2 : Préparation d'étalons avec la cartouche de Formazine



1. Agiter vigoureusement la cartouche de Formazine pendant une minute pour homogénéiser la suspension.



2. Fixer un capillaire propre sur la cartouche de Formazine 4.000 NTU. Couper la crosse du capillaire avec une pince coupante. Monter la cartouche sur le corps du titrimètre. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#) pour des instructions d'assemblage si nécessaire.



3. Tourner le bouton de commande pour faire couler quelques gouttes de Formazine. Remettre le compteur à zéro et essuyer l'extrémité du capillaire.

**Note :** Pour plus de convenance, utiliser l'agitateur *TitraStir*. Voir [chapitre 1.2 en page 11](#).



4. Sélectionner la concentration de l'étalon dans la liste ci-dessus. Dispenser le formazine dans une fiole jaugée propre Classe A. Diluer avec de l'eau sans turbidité jusqu'au trait et agiter bien. Voir [Tableau 1](#) pour les étalons que vous exigez.

Tableau 1

Concentration d'étalon formazine (NTU)	Nombre d'unités nécessaires	Volume de la fiole
100	1000	50-ml
40	400	50-ml
10	100	50-ml
4	80	100-ml

## Pour préparer un étalon Formazine 1 NTU

Il reste toujours une turbidité résiduelle, même dans l'eau la plus pure utilisée pour préparer les dilutions de formazine. Au niveau de 1 NTU, cela peut affecter la valeur de l'étalon de façon significative, en créant une erreur positive. La technique suivante corrige la turbidité de l'eau de dilution pour la préparation d'un étalon Formazine 1 NTU dans une fiole jaugée de 500 ml, classe A.

1. Régler le turbidimètre avec un étalon secondaire sur une gamme appropriée pour la mesure de l'eau de dilution (gamme 0 à 1 NTU, 0 à 2 NTU ou 0-10 NTU selon l'appareil).
2. Mesurer et noter la turbidité de l'eau de dilution à utiliser pour la préparation de l'étalon formazine 1 NTU.
3. Calculer le nombre d'unités nécessaires pour délivrer la quantité appropriée de formazine dans une fiole jaugée de 500 mL, classe A, pour obtenir un étalon 1 NTU.

$$\text{Nombre d'unités} = 100 (1 - T_W)$$

où :

$T_W$  est la turbidité de l'eau de dilution.

4. Délivrer exactement le nombre d'unités calculé dans la fiole de 500 ml. Diluer au volume avec l'eau de dilution et homogénéiser soigneusement.

## Pour préparer un étalon Formazine quelconque

La formule suivante peut être utilisée pour déterminer le nombre correct d'unités nécessaires pour préparer un étalon de valeur quelconque.

$$\text{Nombre d'unités} = (0,2) (V) (T_E - T_W)$$

ou :

$T_E$  = Turbidité de l'étalon choisi

$T_W$  = Turbidité de l'eau de dilution

(Ce terme peut être négligé s'il est inférieur à 1% de la valeur de  $T_E$ .)

V = Volume de la fiole en ml

### Exemple 1 :

Un litre d'étalon Formazine à 0,5 NTU doit être préparé. La turbidité de l'eau de dilution est 0,05 NTU. Comme cette valeur représente 10% de la valeur de l'étalon, la correction de l'eau de dilution doit être faite.

Le nombre d'unités de formazine est égal à :

$$\text{Nombre d'unités} = (0,2) (1.000,0) (0,5 - 0,05) = 90$$

Ainsi, 90 unités de formazine délivrées dans une fiole jaugée de 1.000 ml, classe A et diluées au volume avec de l'eau à 0,05 NTU donneront un étalon Formazine à 0,5 NTU. Le volume de la fiole doit être choisi pour que le nombre d'unités calculé soit voisin ou supérieur à 100.

## **Exemple 2 :**

50 ml d'un étalon Formazine à 50 NTU doivent être préparés. La turbidité de l'eau de dilution est 0,1 NTU. Comme cette valeur représente seulement 0,2% de la valeur de l'étalon, la correction n'est pas nécessaire.

Le nombre d'unités à délivrer est :

$$\text{Nombre d'unités} = (0,2) (50,0) (50) = 500$$

500 Unités de formazine diluées à 50,0 ml avec l'eau de dilution donneront un étalon de formazine à 50 NTU.

## **Interférences**

La verrerie sale ou rayée, les bulles d'air et la couleur de l'échantillon peuvent interférer avec la mesure de turbidité. Les cuvettes doivent être propres et exemptes de rayures et les échantillons doivent être incolores et sans bulles.

## **Principe de la méthode**

La mesure de turbidité est basée sur la dispersion de la lumière par les particules en suspension (argile, sable, bactéries) en solution. La quantité de lumière dispersée à 90° du faisceau incident est directement proportionnelle à la turbidité.

La turbidité est mesurée en unités néphélométriques de turbidité (NTU). Ces unités de mesure sont basées sur la quantité de lumière dispersée par les particules d'un polymère-étalon de référence appelé formazine. La formazine, obtenue par réaction du sulfate d'hydrazine sur l'hexaméthylène tétramine, produit des particules qui disperse la lumière de façon reproductible.

La cartouche de formazine 4.000 NTU Hach utilisée avec le titrimètre digital Hach offre une méthode rapide et exacte de préparation des étalons formazine utilisés pour l'étalonnage des turbidimètres.



## Réactifs nécessaires

Réf. n°	Désignation	Unité
2461-01	Cartouche Formazine 4.000 NTU .....	1
272-56	Eau désionisée.....	4 l

## Appareillage nécessaire

2119-07	Bouchon caoutchouc n° 7 .....	paq. 6
14574-41	Fiole jaugée, classe A, 50 ml .....	1
14574-42	Fiole jaugée, classe A, 100 ml .....	1
14574-49	Fiole jaugée, classe A, 500 ml .....	1
546-53	Fiole à vide, 1.000 ml .....	1
13530-00	Membranes filtrantes 0,45 micron .....	paq. 100
14282-00	Pinces brucelle, plastique .....	1
968-00	Pince coupante .....	1
13529-00	Support de filtre .....	1
16900-01	Titrimètre digital.....	1
2131-00	Trompe à eau .....	1
560-19	Tuyau caoutchouc .....	3,6 m

## Appareillage optionnel

17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
21846-00	Déminéralisateur 473 ml .....	1
326-00	Noix de serrage .....	1
21145-00	Pince pour montage .....	1
620-11	Pissette poly, 500 ml .....	1
19400-10	TitraStir, agitateur / statif 230 V .....	1
19400-00	TitraStir, agitateur / statif 115 V .....	1





## INFORMATIONS GENERALES

**Pour Hach Company, le service au client est une part importante de chaque produit que nous fabriquons.**

**Dans ce but, nous avons rassemblé les informations suivantes pour votre commodité.**

# Pieces de Rechange et Accessoires

---

## Pièces de rechange pour titrimètre digital modèle 16900

Réf. n°	Désignation	Unité
17205-00	Capillaires pour titrimètre, droits .....	paq. 5
46602-00	Boîtier .....	1
16900-01	Titrimètre digital .....	1
16900-08	Mode d'emploi et méthodes d'analyse en anglais .....	1
16900-94	Mode d'emploi et méthodes d'analyse en français .....	1

## Aux Etats-Unis

**Par téléphone :**  
6:30 a.m. à 5:00 p.m. MST  
Lundi à Vendredi  
(800) 227-HACH  
(800-227-4224)

**Par courrier :**  
Hach Company  
P.O. Box 389  
Loveland, Colorado, 80539-0389  
U.S.A.

**Par fax :**  
(970) 669-2932

**Information de commande par E-mail :**  
intl@hach.com

## Hors des Etats-Unis

Hach dispose d'un réseau d'agents et de distributeurs dans le monde entier. Pour connaître le distributeur pour votre pays, adresser un E-mail à intl@hach.com ou contacter :

**Hach Company World Headquarters**, Loveland, Colorado, U.S.A.  
Téléphone : (970) 669-3050 ; Fax : (970) 669-2932

ou

**Dr. Bruno Lange GmbH & Co. KG**, Düsseldorf, Allemagne  
Téléphone : (49) 211 - 52 88 - 0 ; Fax : (49) 211 - 52 88 - 143

## Renseignements nécessaires

Numéro de compte Hach (si disponible)

Adresse de facturation

Adresse d'expédition

Nom et numéro de téléphone

Numéro de commande

Numéros de références des articles

Désignation ou nom du modèle

Quantité

## Garantie

Hach garantit que ses produits sont de haute qualité et exempts de défauts à la date de l'expédition, et conformes aux caractéristiques publiées. Les conditions d'application de la garantie sont indiquées dans les Conditions Générales de Vente du vendeur.

## Limites d'utilisation

Nos produits chimiques et réactifs sont destinés à un usage de laboratoire ou de fabrication UNIQUEMENT. Ils ne doivent pas être utilisés comme médicaments, cosmétiques ou additifs alimentaires.

## Fiches de sécurité

Les fiches de sécurité Hach (Material Safety Data Sheets) disponibles en Anglais uniquement, sont parmi les plus complètes et les plus informatives, et fournissent des informations de sécurité détaillées essentielles pour la manipulation des réactifs. Une fiche de sécurité Hach en Anglais est disponible pour tous les réactifs Hach.

## Étiquettes

Les étiquettes sur les produits chimiques et réactifs Hach donnent les informations suivantes :

- Nom du produit : en Anglais, Français, Allemand, Italien et Espagnol sur toutes les étiquettes, sauf les plus petites.
- Numéro de référence Hach : pour l'identification et pour faciliter le réapprovisionnement et déterminer la fiche de sécurité correspondante.
- Numéro de lot et information de stockage : les numéros de lots, constitués de lettres et chiffres, indiquent une durée de conservation très longue; un numéro à quatre chiffres indique les produits qui doivent tourner régulièrement et qu'il est nécessaire de vérifier périodiquement avec une solution étalon. Le numéro de lot est indispensable si vous appelez pour une assistance technique ou en cas de doute sur la validité d'un réactif.

## Réclamations et retours

Nous prenons un soin extrême au remplissage, vérification, revérification et à l'emballage correct des commandes. En cas de manquant ou de dommage, effectuer des réserves auprès du transporteur et contacter le distributeur qui a vendu l'article. Conserver tous les emballages.

**AUCUN RETOUR NE DOIT ÊTRE EFFECTUE SANS AUTORISATION PREALABLE. LES RETOURS DOIVENT ÊTRE EFFECTUES EN PORT PAYE. LES EXPEDITIONS EN PORT DÛ SERONT REFUSEES.**