DOC086.77.01000

Colorimètre DR 900

Méthodes d'analyse

11/2014, Edition 1

DOMINIQUE DUTSCHER SA

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Table des matières

Section 1 Guide d'analyse de l'eau 5
1.1 Guide d'applications 5
1.2 Abréviations et conversions 8
1.2.1 Abréviations des procédures 8
1.2.2 Conversions 10
1.2.2.1 Formes chimiques 10
1.2.2.2 Conversion de dureté 11
1.3 Pratiques de laboratoire 11
1.3.1 Température 11
1.3.2 Mélange 11
1.3.3 Minéralisation 12
1.3.4 Distillation 13
1.3.5 Filtration 13
1.3.5.1 Filtration sous vide 14
1.3.5.2 Appareil nécessaire pour la filtration sous vide 14
1.3.5.3 Filtration par gravité 14
1.3.6 Réactifs 15
1.3.6.1 Stabilité des réactifs et des étalons 15
1.3.6.2 Blanc de réactif 16
1.3.7 Dilution d'échantillon 16
1.3.7.1 Dilution de l'échantillon en présence d'interférences 17
1.3.8 Ampoules AccuVac® 17
1.3.8.1 Utilisation de l'outil d'ouverture d'ampoule AccuVac 18
1.3.9 Sachets PermaChem® 19
1.3.10 Cuves d'échantillon 19
1.3.10.1 Orientation des cuves d'échantillon 19
1.3.10.2 Conservation des cuves d'échantillon 19
1.3.10.3 Nettoyage des cuves d'échantillon 20
1.3.10.4 Etalonnage des cuves d'échantillon 20
1.3.11 Autres accessoires 21
1.3.11.1 Régulateurs d'ébullition 21
1.3.12 Exactitude des mesures 21
1.3.12.1 Pipettes et éprouvettes graduées 21
1.3.12.2 Cuve Pour-Thru™ 22
1.4 Analyse chimique 22
1.4.1 Prise, préservation et stockage d'échantillons 22
1.4.1.1 Collecte d'échantillons d'eau 23
1.4.1.2 Stockage et préservation 24
1.4.1.3 A propos de l'exactitude et la précision 27
1.4.1.4 Solutions étalon 28
1.4.1.5 Additions d'étalon 28
1.4.1.6 Contre-vérification d'une analyse en cas de résultats douteux 29
1.4.1.7 Réglage de la courbe standard 31
1.4.2 Interférences 32
1.4.2.1 Interférence du pH 32
1.4.3 Performances de la méthode 33
1.4.3.1 Limite de détection estimée (LDE) 33
1.4.3.2 Limite de détection d'une méthode (LDM) 34
1.4.3.3 Précision 35
1.4.3.4 Estimation de la précision 35
1.4.3.5 Sensibilité 35
1.4.4 Préparation d'une courbe d'étalonnage 36

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1.4.4.1 Etalonnage de concentration en fonction de l'absorbance 36
1.4.5 Adaptation des procédures aux autres spectrophotomètres 37
1.4.5.1 Sélection de la meilleure longueur d'onde 37
1.5 Prétraitement d'échantillon par minéralisation 39
1.5.1 Minéralisations agréées par l'USEPA 39
1.5.1.1 Minéralisation douce validée par l'USEPA 39
1.5.1.2 Minéralisation énergique validée par l'USEPA 39
1.5.2 Vue d'ensemble de la minéralisation au Digesdahl 40
1.5.2.1 Questions fréquentes concernant les procédures de minéralisation 41
1.5.2.2 Réglage du pH 44
1.6 Analyse des bactéries 45
1.6.1 A propos des organismes témoins 45
1.6.2 Méthodes d'analyse des bactéries 45
1.6.3 Procédures présomptives et de confirmation 45
1.6.4 Préparation des analyses de bactéries 46
1.6.4.1 Préparation de l'espace de travail 46
1.6.4.2 Stérilisation de l'équipement de laboratoire 46
1.6.5 Prise et préservation d'échantillons 47
1.6.6 Dilution des échantillons non potables 48
1.6.7 Mise au rebut des cultures de bactéries 48
1.7 Gestion des déchets et sécurité 48
1.7.1 Réduction optimale des déchets 48
1.7.2 Cadre réglementaire 49
1.7.3 Déchets dangereux 49
1.7.3.1 Définition 49
1.7.3.2 Codes d'échantillon 50
1.7.3.3 Procédure d'identification des substances dangereuses 50
1.7.3.4 Mise au rebut 51
1.7.4 Gestion des déchets spécifiques 51
1.7.4.1 Considérations spéciales pour les substances contenant du cyanure 52
1.7.5 Ressources 52
1.7.6 Sécurité 53
1.7.6.1 Lecture attentive des étiquettes 53
1.7.6.2 Equipement de protection 53
1.7.6.3 Equipement et fournitures de premier secours 54
1.7.6.4 Règles générales de sécurité 54
1.7.7 Fiches de données de sécurité 54
1.7.7.1 Comment obtenir une fiche de données de sécurité (SDS) 54
1.7.7.2 Sections d'une fiche de données de sécurité 54
1.7.7.3 Plan d'hygiène chimique (OSHA) 56

Section 2 Procédures chimiques 61
Aluminium, méthode à l'aluminon (0,800 mg/l) 63
Baryum, méthode turbidimétrique (multigamme : 100, 1 000, 10 000 mg/l) 71
Benzotriazole/tolyltriazole, méthode par photolyse avec lampe UV (Benzo à 16,0 mg/l, Tolyl à 20 mg/l) 77
Bore, méthode au carmin (50 mg/l) 83
Brome, méthode DPD (4,50 mg/l) 91
Chloramine (mono), méthode à l'indophénol (4,50 mg/l) 99
Chloramine (mono) (4,50 mg/l) et ammoniaque libre (0,50 mg/l), méthode à l'indophénol 107
Chloramine (mono), méthode TNT à l'indophénol (10,0 mg/l) 117
Chlore libre, méthode DPD (2,00 mg/l) 123
Chlore libre, méthode DPD (4,00 mg/l) 133

DOCUMENT DUTSCHER SAS

Chlore libre, méthode DPD TNT (5,00 mg/l)....141
Chlore libre, méthode DPD (10 mg/l)....147
Chlore total, méthode DPD (2,00 mg/l)....153
Chlore total, méthode DPD (4,00 mg/l)....163
Chlore total, méthode DPD TNT (5,00 mg/l)....169
Chlore total, méthode DPD (10,0 mg/l)....175
Dioxyde de chlore, méthode DPD (5,00 mg/l)....181
Dioxyde de chlore, méthode de mesure directe (50 mg/l)....189
Chrome hexavalent, méthode au 1,5-diphénylcarbohydrazide (0,700 mg/l)....193
Chrome total, méthode par oxydation hypobromite alcaline (0,70 mg/l)....201
Couleur, vraie et apparente, méthode au platine-cobalt (500 unités)....209
Cuivre, méthode à la porphyrine (210 µg/l)....215
Cuivre, méthode au bicinchoninate (5,00 mg/l)....221
Cyanure, méthode à la pyridine-pyrazolone (0,240 mg/l)....231
Acide cyanurique, méthode turbidimétrique (50 mg/l)....241
Fluorure, méthode SPADNS (2,00 mg/l)....247
Fluorure, méthode SPADNS 2 (2,00 mg/l)....255
Dureté, Ca et Mg, méthode à la calmagite (4,00 mg/l)....263
Hydrazine, méthode au p-diméthylaminobenzaldéhyde (600 µg/l)....269
Fer ferreux, méthode au 1,10-phénantroline (3,00 mg/l)....277
Fer, méthode FerroZine (1,400 mg/l)....283
Fer, total, méthode TPTZ (1,800 mg/l)....289
Fer, réactif et total en présence de molybdate, méthode FerroMo (1,80 mg/l)....297
Fer, total, méthode FerroVer (3,00 mg/l)....303
Fer, total, méthode FerroVer (multigamme : 3,0, 30,0, 300,0 mg/l)....311
Manganèse, méthode PAN (0,700 mg/l)....319
Manganèse, méthode par oxydation au périodate (20,0 mg/l)....325
Molybdène, méthode avec complexe ternaire (3,00 mg/l)....331
Molybdène, méthode à l'acide mercaptoacétique (40,0 mg/l)....339
Nickel, méthode PAN (1,000 mg/l)....347
Nitrate, méthode par réduction au cadmium (0,50 mg/l)....353
Nitrate, méthode par réduction au cadmium (10,0 mg/l)....361
Nitrate, méthode par réduction au cadmium (30,0 mg/l)....369
Nitrate, Méthode TNT à l'acide chromotropique (30,0 mg/l)....379
Nitrite, méthode par diazotation (0,300 mg/l)....385
Nitrite, méthode TNT par diazotation (0,500 mg/l)....391
Nitrite, méthode au sulfate ferreux (250 mg/l)....395
Azote ammoniacal, méthode au salicylate (0,50 mg/l)....401
Azote ammoniacal, méthode TNT au salicylate (2,50 mg/l)....407
Azote ammoniacal, méthode TNT au salicylate (50,0 mg/l)....413
Azote, total, minéralisation au persulfate, méthode TNT (25,0 mg/l)....419
Azote, total, minéralisation au persulfate, méthode TNT (150 mg/l)....427
Azote, total inorganique, réduction au trichlorure de titane, méthode TNT (25,0 mg/l)....435
Azote, Kjeldahl total, méthode Nessler (150 mg/l)....443
Carbone organique, total, méthode TNT directe (20,0 mg/l)....451
Carbone organique, total, méthode TNT directe (150 mg/l)....459
Carbone organique, total, méthode TNT directe (700 mg/l)....467
Oxygène, dissous, méthode au carmin d'indigo (800 µg/l)....475
Oxygène, dissous, méthode HRDO (15,0 mg/l)....479
Demande en oxygène, chimique, méthode au manganèse III avec élimination du chlorure (1 000 mg/l)....483
Demande en oxygène, chimique, méthode au dichromate (gamme multiple : 40,0, 150, 1 500, 15 000 mg/l)....493

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Réducteurs d'oxygène, méthode par réduction au fer (450 µg/l DEHA).....503
Ozone, méthode à l'indigo (gamme multiple : 0,25, 0,75, 1,50 mg/l).....509
pH, méthode colorimétrique au rouge de phénol (unités au pH de 6,5 à 8,5).....513
Phosphonates, méthode par oxydation au persulfate-UV (125,0 mg/l).....517
Phosphore, réactif, méthode PhosVer 3 (2,50 mg/l).....527
Phosphore, réactif, méthode TNT PhosVer 3 (5,00 mg/l).....535
Phosphore, réactif, méthode à l'acide aminé (30,00 mg/l).....541
Phosphore, réactif, méthode vanadomolybdique (45,0 mg/l).....547
Phosphore, réactif, méthode TNT vanadomolybdique (100,0 mg/l).....555
Phosphore, hydrolyse acide, minéralisation acide.....563
Phosphore, hydrolyse acide, méthode TNT PhosVer 3 (3,50 mg/l).....567
Phosphore, total, minéralisation au persulfate acide.....575
Phosphore, total, méthode TNT PhosVer 3 (3,50 mg/l).....579
Phosphore, total, méthode TNT vanadomolybdique (100,0 mg/l).....587
Silice, méthode au bleu hétéropoly (1,600 mg/l).....595
Silice, méthode au silicomolybdate (100 mg/l).....601
Sulfate, méthode SulfaVer 4 (70 mg/l).....607
Sulfate, méthode SulfaVer 4 (multigamme : 70, 700, 700, 7 000 mg/l).....615
Sulfure, méthode au bleu de méthylène (800 µg/l).....621
Sulfure, méthode au bleu de méthylène (multigamme : 0,70, 7,0, 70 mg/l).....627
Surfactants, anioniques (détergents), méthode au cristal violet (0,275 mg/l).....633
Solides en suspension, méthode photométrique (750 mg/l).....639
Tannin et lignine, méthode à la tyrosine (9,0 mg/l).....643
Toxicité, méthode ToxTrak (% d'inhibition).....649
Turbidité, méthode absorptiométrique (1 000 FAU).....657
Acides volatils, méthode par estérification (2 800 mg/l).....661
Zinc, méthode au zincon (3,00 mg/l).....669

Section 3 Explication des procédures chimiques.....677
Aluminium.....678
Baryum.....679
Benzotriazole et tolyltriazole.....680
Bore.....681
Chloramine (mono).....683
Chloramine (mono) ; azote, ammoniaque libre.....685
Dioxyde de chlore.....687
Chlore, libre et total.....689
Chrome.....691
Cobalt.....693
Cuivre.....695
Cyanure.....698
Fluor.....699
Dureté.....701
Hidrazine.....705
Fer.....706
Manganèse.....710
Molybdène, molybdate.....712
Nickel.....714
Azote ammoniacal.....716
Azote, nitrate.....718
Azote, nitrite.....721
Carbone organique, total.....723
Demande en oxygène, chimique.....724

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Oxygène, dissous....726
Réducteurs d'oxygène....729
pH....730
Phosphonates....734
Phosphore....736
Silice....738
Sulfate....739
Sulfure....740
Turbidité....741

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Section 1 Guide d'analyse de l'eau

1.1 Guide d'applications

	Agriculture	Aquaculture	Analyse des aquariums	Boissons/eau en bouteilles	Eau de chaudières/réfrigération	Fabrication de produits chimiques	Production de chlore	Laveries	Eau potable	Education	Analyse environnementale	Industrie de l'alimentation humaine/animale	Métallurgie/mines, fabrication, finition	Industrie pétrolière	Production pharmaceutique	Piscines, spas	Centrales électriques (services publics)	Pâte à papier, papeterie	Fabrication de semi-conducteurs	Déchets solides/boues	Industrie textile	Eau ultra-pure	Eaux résiduaires, industrielles	Eaux résiduaires, municipales	Conditionnement de l'eau
Acide/base										•			•	•				•	•						
Acidité		•				•			•	•	•		•					•	•		•				•
Alcalinité	•	•	•	•	•	•			•	•	•	•			•	•					•	•		•	•
Aluminium			•		•	•			•									•	•	•			•	•	
Arsenic									•	•	•						•			•			•	•	•
Acide ascorbique				•																					
Bactéries		•		•	•				•	•	•	•		•	•	•	•	•	•	•		•	•	•	•
Baryum						•					•			•	•								•		
DBO				•					•	•	•	•		•	•			•		•	•		•	•	
Bore					•	•				•	•			•	•		•					•	•		•
Brome				•	•				•		•					•						•		•	
Cadmium						•			•				•						•	•			•	•	
Calcium	•			•	•						•				•							•			•
Dioxyde de carbone		•		•	•				•	•	•														•
Agents chélateurs					•	•			•								•								•
Chlorure	•	•		•	•	•	•		•	•	•	•	•	•	•		•		•		•	•	•	•	•
Chlore	•	•	•	•	•		•	•	•	•	•	•		•	•	•	•	•			•	•	•	•	•
Dioxyde de chlore				•	•				•			•				•		•			•				
Chromate													•						•						
Chrome (hexavalent)					•	•			•	•	•		•	•									•	•	
Chrome (total)					•	•				•	•		•	•						•	•		•	•	•
Cobalt						•				•	•		•	•									•	•	
DCO				•		•	•	•	•	•	•	•		•	•		•	•		•	•		•	•	
Couleur				•					•	•	•				•			•			•		•	•	
Conductivité	•	•		•	•	•			•	•	•			•			•					•	•	•	
Cuivre		•	•	•	•	•			•	•	•		•			•	•		•	•	•	•	•	•	•
Cyanure									•		•		•		•								•	•	
Acide cyanurique						•			•		•					•									
Détergents						•				•	•													•	•
Oxygène dissous	•	•		•	•			•	•	•	•	•						•			•	•	•	•	•
Acide érythorbique					•	•								•			•								•
Fluor				•					•										•			•	•		•
Formaldéhyde						•					•										•				•

	Agriculture	Aquaculture	Analyse des aquariums	Boissons/eau en bouteilles	Eau de chaudières/réfrigération	Fabrication de produits chimiques	Production de chlore	Laveries	Eau potable	Education	Analyse environnementale	Industrie de l'alimentation humaine/animale	Métallurgie/mines, fabrication, finition	Industrie pétrolière	Production pharmaceutique	Piscines, spas	Centrales électriques (services publics)	Pâte à papier, papeterie	Fabrication de semi-conducteurs	Déchets solides/boues	Industrie textile	Eau ultra-pure	Eaux résiduaires, industrielles	Eaux résiduaires, municipales	Conditionnement de l'eau
Glutéraldéhyde						•			•	•														•	
Glycols						•			•		•			•			•								•
Dureté	•	•	•	•	•	•		•	•	•	•	•		•	•	•	•	•			•	•	•	•	•
Hidrazine					•												•								
Peroxyde d'hydrogène						•			•	•	•		•		•				•			•			•
Sulfure d'hydrogène						•			•					•										•	•
Iodure						•																			
Iode			•	•		•			•		•	•			•									•	
Fer (ferreux)					•	•			•				•												•
Fer (total)	•		•	•	•	•		•	•	•	•	•		•			•				•	•	•	•	•
Plomb			•						•	•	•		•				•		•	•			•	•	•
Manganèse				•			•		•														•		•
Mercure							•		•											•			•	•	•
Molybdène				•	•	•	•				•				•		•			•	•		•		•
Nickel						•			•		•		•							•			•	•	•
Azote ammoniacal	•	•	•		•	•			•	•	•	•		•			•				•	•		•	•
Azote (inorganique)						•				•	•													•	
Azote (total)						•			•	•	•										•		•	•	
Azote (nitrate)	•	•	•	•	•				•	•	•	•									•	•	•	•	•
Azote (monochloramine)									•														•	•	
Azote (TKN)	•					•			•	•	•	•								•			•	•	
Azote (nitrite)		•	•		•				•	•	•													•	
Huile et graisse						•						•	•	•						•			•		
Réducteur d'oxygène					•	•								•			•								•
Ozone		•		•	•			•	•		•				•							•		•	•
PCB											•						•			•		•	•	•	
Permanganate									•								•								
pH	•	•	•	•	•	•		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
Phénols						•				•	•			•			•				•		•		•
Phosphate	•	•	•	•	•	•	•		•	•		•					•	•		•	•	•	•	•	•

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

	Agriculture	Aquaculture	Analyse des aquariums	Boissons/eau en bouteilles	Eau de chaudières/réfrigération	Fabrication de produits chimiques	Production de chlore	Laveries	Eau potable	Education	Analyse environnementale	Industrie de l'alimentation humaine/animale	Métallurgie/mines, fabrication, finition	Industrie pétrolière	Production pharmaceutique	Piscines, spas	Centrales électriques (services publics)	Pâte à papier, papeterie	Fabrication de semi-conducteurs	Déchets solides/boues	Industrie textile	Eau ultra-pure	Eaux résiduaires, industrielles	Eaux résiduaires, municipales	Conditionnement de l'eau
Phosphonates					•	•			•	•	•													•	•
Phosphore	•					•	•		•	•	•	•		•			•				•		•	•	•
Potassium	•								•		•			•								•			
Composé quaternaire d'ammonium					•	•					•							•							•
Salinité	•	•				•			•	•	•			•						•					•
Sélénium									•	•	•				•					•			•		•
Silice	•			•	•	•	•		•	•	•	•			•		•	•	•		•	•			•
Argent						•			•	•	•		•	•	•	•	•	•	•	•			•	•	•
Sodium	•			•					•								•	•	•			•	•	•	•
Chromate de sodium									•	•	•						•								
Hydroxyde de sodium													•						•						
Sulfate	•					•			•	•	•						•				•	•	•		•
Sulfure						•			•		•			•									•	•	•
Sulfite					•	•			•	•	•						•	•					•	•	•
Tannin					•				•		•														•
MTD		•		•	•				•	•													•		•
Toxicité						•			•		•									•			•	•	
HPT						•			•		•						•						•		
Triazole					•	•											•								
Turbidité		•		•	•				•	•	•	•	•		•		•	•	•	•		•	•	•	•
Acides volatils									•	•	•			•										•	
Eau dans l'huile											•		•	•											
Zinc					•	•			•	•	•		•					•		•	•		•	•	•

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1.2 Abréviations et conversions

1.2.1 Abréviations des procédures

Le Tableau 1 présente les abréviations les plus fréquemment utilisées dans les procédures chimiques.

Tableau 1 Abréviations

Abréviation	Définition		Abréviation	Définition
°C	degré(s) Celsius (centigrade)		l	litre : volume égal à un décimètre cube (dm^3)
°F	degré(s) Fahrenheit		GB	gamme basse
ACS	norme de pureté des réactifs de l'American Chemical Society (société américaine de chimie)		LDM	limite de détection de la méthode
APHA Standard Methods	ouvrage de méthodes de référence pour l'étude de l'eau et des eaux résiduaires, publié conjointement par l'American Public Health Association (APHA), l'American Water Works Association (AWWA) et la Water Environment Federation (WEF). Cet ouvrage est considéré comme une référence pour l'analyse de l'eau. De nombreuses procédures dans ce manuel sont fondées sur le manuel « Standard Methods ».		CGG	compte-gouttes gradué
			mg/l	milligrammes par litre (ppm)
			µg/l	microgrammes par litre (ppb)
			ml	millilitre : 1/1 000 de litre. Equivalent à environ un centimètre cube (parfois appelé « cc »).
			GM	gamme moyenne
			NIPDWR	National Interim Primary Drinking Water Regulations (réglementations américaines primaires sur l'eau potable)
AV	AccuVac®		NPDES	National Pollutant Discharge Elimination System (système américain d'élimination des rejets de polluants)
Bicn	bicinchoninate		P	phosphore
conc	concentré		PCB	polychlorobiphényle
CG	compte-gouttes		ppb	parties par milliard
DBP	sous-produits de désinfection		ppm	parties par million
CFR	Code of Federal Regulations (code américain des réglementations fédérales)		LR	liquide rapide
LDE	limite de détection estimée		FCGA	flacon compte-gouttes autonome
EPA	Environmental Protection Agency (agence américaine de protection environnementale)		THM	trihalométhane
L&T	libre et total		TNT	Test 'N Tube™
FM	FerroMo®		COT	carbone organique total
FV	FerroVer®		HPT	hydrocarbures pétroliers totaux
FZ	FerroZine®		TPTZ	2-4-6 Tri (2-Pyridyl) 1-3-5 Triazine
g	grammes		USEPA	United States Environmental Protection Agency (agence de protection environnementale des Etats-Unis)
gr/gal	grains par gallon (1 gr/gal = 17,12 mg/l)		GUB	gamme ultra-basse
GH	gamme haute			

1.2.2 Conversions

1.2.2.1 Formes chimiques

Le Tableau 2 regroupe les facteurs de conversion de formes pour de nombreux produits chimiques courants.

Tableau 2 Facteurs de conversion

Convertir de…	En…	Multiplier par…
mg/l Al	mg/l Al_2O_3	1,8895
mg/l B	mg/l H_3BO_3	5,7
mg/l Ca-$CaCO_3$	mg/l Ca^{2+}	0,4004
mg/l $CaCO_3$	mg/l Ca^{2+}	0,4004
mg/l $CaCO_3$	mg/l Mg^{2+}	0,2428
µg/l Carbohydrazide	µg/l Hydroquinone	1,92
µg/l Carbohydrazide	µg/l ISA	2,69
µg/l Carbohydrazide	µg/l MEKO	3,15
mg/l Cr^{6+}	mg/l CrO_4^{2-}	2,231
mg/l Cr^{6+}	mg/l Na_2CrO_4	3,115
mg/l Cr^{6+}	mg/l $Cr_2O_7^{2-}$	2,077
mg/l Mg-$CaCO_3$	mg/l Mg^{2+}	0,2428
mg/l Mn	mg/l $KMnO_4$	2,876
mg/l Mn	mg/l MnO_4^-	2,165
mg/l Mo^{6+}	mg/l MoO_4^{2-}	1,667
mg/l Mo^{6+}	mg/l Na_2MoO_4	2,146
mg/l N	mg/l NH_3	1,216
mg/l N	mg/l NO_3^-	4,427
mg/l Cl_2	mg/l NH_2Cl	0,726
mg/l Cl_2	mg/l N	0,197
mg/l NH_3-N	mg/l NH_3	1,216
mg/l NH_3-N	mg/l NH_4^+	1,288
mg/l NO_2^-	mg/l $NaNO_2$	1,5
mg/l NO_2^-	mg/l NO_2^-–N	0,3045
mg/l NO_2^--N	mg/l $NaNO_2$	4,926
µg/l NO_2^--N	µg/l $NaNO_2$	4,926
mg/l NO_2^--N	mg/l NO_2^-	3,284
µg/l NO_2^--N	µg/l NO_2^-	3,284
mg/l NO_3^--N	mg/l NO_3^-	4,427
mg/l PO_4^{3-}	mg/l P	0,3261
µg/l PO_4^{3-}	µg/l P	0,3261
mg/l PO_4^{3-}	mg/l P_2O_5	0,7473
µg/l PO_4^{3-}	µg/l P_2O_5	0,7473

Tableau 2 Facteurs de conversion (suite)

Convertir de…	En…	Multiplier par…
mg/l SiO_2	mg/l Si	0,4674
µg/l SiO_2	µg/l Si	0,4674

1.2.2.2 Conversion de dureté

Le Tableau 3 donne les facteurs pour convertir une unité de mesure de la dureté dans une autre unité. Par exemple, pour convertir une unité de valeur en mg/l $CaCO_3$ en degrés français/100 000 de CaO, multipliez la valeur en mg/l par 0,1.
Remarque : *meq/l = N × 1 000*

Tableau 3 Facteurs de conversion de dureté

Unités de mesure	mg/l $CaCO_3$	gr/gal anglais (valeurs impériales) $CaCO_3$	gr/gal E.-U. $CaCO_3$	degré français/ 100 000 $CaCO_3$	degré allemand/ 100 000 $CaCO_3$	meq/l[1]	g/l CaO	lb/pied^3 $CaCO_3$
mg/l $CaCO_3$	1,0	0,07	0,058	0,1	0,056	0,02	$5,6 \times 10^{-4}$	$6,23 \times 10^{-5}$
gr/gal anglais $CaCO_3$	14,3	1,0	0,83	1,43	0,83	0,286	$8,0 \times 10^{-3}$	$8,9 \times 10^{-4}$
gr/gal E.-U. $CaCO_3$	17,1	1,2	1,0	1,72	0,96	0,343	$9,66 \times 10^{-3}$	$1,07 \times 10^{-3}$
° français/100 000 $CaCO_3$	10,0	0,7	0,58	1,0	0,56	0,2	$5,6 \times 10^{-3}$	$6,23 \times 10^{-4}$
° allemand/100 000 CaO	17,9	1,25	1,04	1,79	1,0	0,358	1×10^{-2}	$1,12 \times 10^{-3}$
meq/l	50,0	3,5	2,9	5,0	2,8	1,0	$2,8 \times 10^{-2}$	$3,11 \times 10^{-2}$
g/l CaO	1 790,0	125,0	104,2	179,0	100,0	35,8	1,0	0,112
lb/pied^3 $CaCO_3$	16 100,0	1 123,0	935,0	1 610,0	900,0	321,0	9,0	1,0

1.3 Pratiques de laboratoire

1.3.1 Température

La plupart des méthodes sont précises lorsque la température de l'échantillon est comprise entre 20 et 25 °C (68 et 77 °F). Les procédures concernées comportent une note précisant la température si cette dernière est un facteur important.

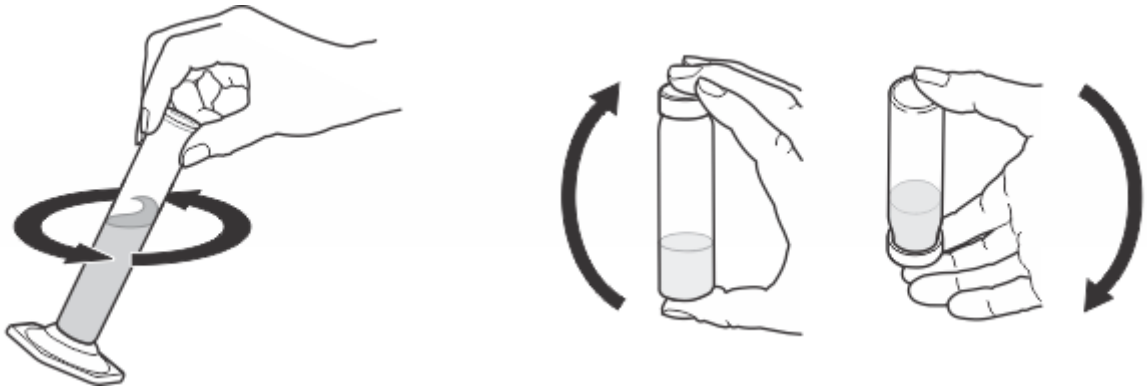
1.3.2 Mélange

Lorsque du réactif est ajouté dans une éprouvette graduée ou un flacon de titrage, effectuez un mouvement de rotation lente de l'échantillon. En effet, ce mouvement réduit le risque de contamination atmosphérique en dioxyde de carbone et autres gaz lors des analyses.

1. Tenez l'éprouvette (ou le flacon) fermement entre le pouce, l'index et le majeur (Figure 1).
2. Penchez l'éprouvette selon un angle de 45° et effectuez un mouvement de rotation du poignet
3. en formant un cercle d'environ 305 mm (12 pouces). Effectuez une rotation suffisante pour assurer un mélange complet en quelques tours.

[1] epm/l ou mval/l

Figure 1 Rotation d'une éprouvette et retournement d'une cuve d'échantillon



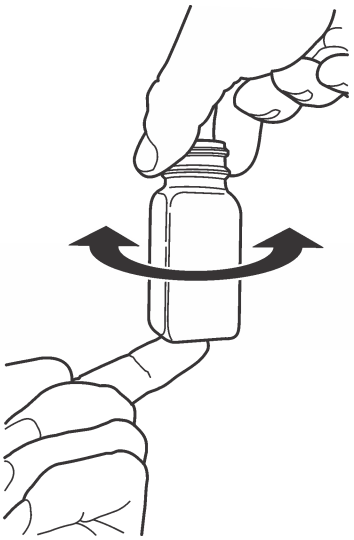
Procédure de mélange d'un échantillon dans une cuve d'échantillon fermée ou une éprouvette de mélange :

1. Tenez la cuve ou l'éprouvette à la verticale, bouchon en haut.
2. Retournez l'objet, de façon à avoir le bouchon vers le bas. Remettez la cuve à sa position de départ (Figure 1). Répétez aussi souvent que nécessaire.

Procédure de mélange d'un échantillon dans une cuve d'échantillon carrée :

1. Tenez le col de la cuve avec le pouce et l'index d'une main. Posez le fond concave de la cuve sur le bout de l'index de l'autre main.
2. Faites tourner rapidement la cuve dans un sens, puis dans l'autre pour mélanger son contenu (Figure 2).

Figure 2 Rotation d'une cuve d'échantillon



1.3.3 Minéralisation

Plusieurs procédures impliquent la minéralisation de l'échantillon. La minéralisation consiste en des réactions chimiques et thermiques servant à fractionner une substance en composants à analyser. Cette section décrit brièvement trois procédures distinctes de minéralisation.

Le système Digesdahl produit une substance minéralisée permettant de déterminer la présence de métaux, de phosphore total et d'azote Kjeldahl total (TKN). Il s'agit d'une méthode rapide et très efficace de destruction des matières organiques sources d'interférences.

Dans le cadre des rapports destinés à l'Agence de protection environnementale des Etats-Unis (USEPA, US Environmental Protection Agency), une minéralisation agréée

par l'USEPA est requise. L'Agence de protection environnementale des Etats-Unis (USEPA) présente deux minéralisations (moyenne et vigoureuse) pour l'analyse des métaux. D'autres procédures de minéralisation sont nécessaires pour le mercure, l'arsenic, le phosphore et le TKN.

Reportez-vous à la section Prétraitement d'échantillon par minéralisation à la page 39 pour plus d'informations sur la minéralisation d'échantillons.

1.3.4 Distillation

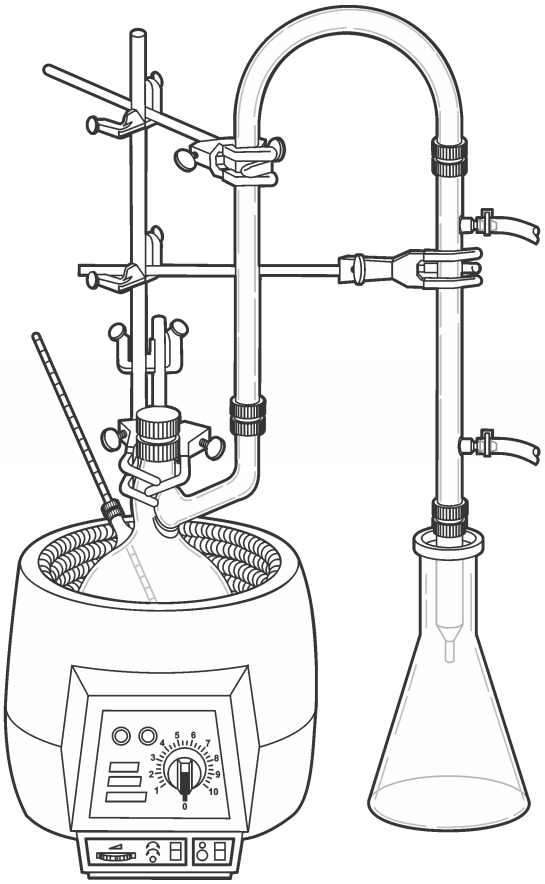
La distillation est une méthode efficace et sûre de séparation de certains composants chimiques à analyser. L'équipement suivant est recommandé pour la distillation :

- Appareil généraliste de distillation (22653-00), illustré dans la Figure 3
- Appareil de distillation de l'arsenic (22654-00)
- Appareil de distillation du cyanure (22658-00)
- Appareil généraliste de chauffage et de support (22744-00, 115 V c.a., 60 Hz)
- Appareil généraliste de chauffage et de support (22744-02, 230 V c.a., 50 Hz)

L'appareil de distillation est destiné à l'eau et aux eaux résiduaires nécessitant le prétraitement de l'échantillon par distillation. Principales applications de l'appareil généraliste : fluorure, azote albuminoïde, azote ammoniacal, phénols, sélénium et acides volatils.

L'appareil généraliste de chauffage et de support assure un chauffage et un ancrage efficace du matériel en verre.

Figure 3 Appareil généraliste de distillation



1.3.5 Filtration

La filtration sépare les particules d'un échantillon aqueux. La filtration utilise un support poreux qui conserve les particules, mais laisse passer les liquides. La filtration supprime

la turbidité des échantillons d'eau. La turbidité peut interférer avec les analyses colorimétriques.

Les deux méthodes de filtration les plus utilisées sont la filtration à vide et la filtration à gravité.

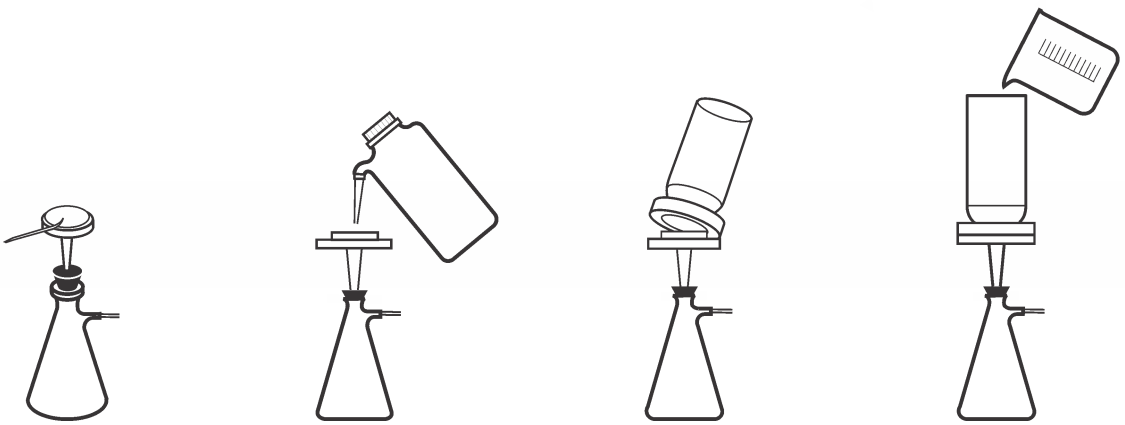
1.3.5.1 Filtration sous vide

La filtration sous vide utilise à la fois l'aspiration et la gravité pour tirer le liquide à travers le filtre. L'effet d'aspiration est obtenu au moyen d'une trompe à eau ou d'une pompe à vide (Figure 4). La filtration sous vide est plus rapide que la filtration par gravité.

Procédure de filtration sous vide :

1. Avec une pince, placez un papier-filtre dans le support de filtre.
2. Placez le support de filtre sur un flacon de filtrage.
3. Mouillez le papier-filtre avec de l'eau désionisée pour le faire adhérer au support.
4. Placez l'entonnoir sur le support de filtre.
5. Appliquez le vide au flacon et versez l'échantillon dans l'entonnoir du système de filtration.
6. Une fois la filtration terminée, cassez lentement le vide du flacon de filtrage et transférez la solution de ce flacon vers un autre récipient.

Figure 4 Filtration sous vide



1.3.5.2 Appareil nécessaire pour la filtration sous vide

Description	Unité	Réf.
Disques filtrants en fibre de verre, 47 mm	Lot de 100	253000
Porte-filtre, membrane, 47 mm	1	1352900
Flacon, filtration, 500 ml	1	54649
Choisissez l'un des produits suivants :		
Pompe à vide manuelle	1	1428300
Pompe à vide portable, 115 V c.a.	1	2824800
Pompe à vide portable, 230 V c.a.	1	2824801
Tuyaux, vide	—	2074145
Pince	1	1428200

1.3.5.3 Filtration par gravité

De nombreuses procédures chimiques ont recours à la filtration par gravité avec les éléments mentionnés dans le Tableau 4. La filtration par gravité est préférable pour les

particules fines (Figure 5). Le taux de filtration augmente proportionnellement à l'augmentation du volume dans le cône du filtre. Cependant, ne remplissez pas plus des trois quarts du cône.

Remarque : *le prétraitement à l'acide et la chaleur est souvent nécessaire pour les tests de métaux. Dans la mesure où le papier-filtre ne supporte pas le prétraitement à l'acide et à la chaleur, utilisez un disque filtrant en fibre de verre lors de la filtration sous vide. Les disques filtrants en fibre de verre ne conservent pas les formes colorées comme les filtres papier.*

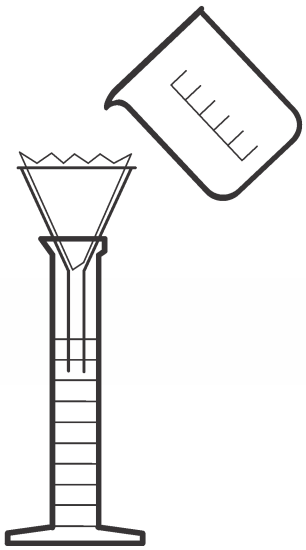
Procédure de filtration par gravité :

1. Placez un papier-filtre plié dans l'entonnoir.
2. Humectez le papier-filtre avec de l'eau désionisée de façon à le faire adhérer aux parois de l'entonnoir.
3. Placez l'entonnoir sur un Erlenmeyer ou une éprouvette graduée.
4. Versez l'échantillon dans l'entonnoir.

Tableau 4 Appareil nécessaire pour la filtration par gravité

Description	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 100 ml	1	50842
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Papier-filtre, 12,5 cm, plissé	Lot de 100	189457
Erlenmeyer, 125 ml	1	50543

Figure 5 Filtration par gravité



1.3.6 Réactifs

1.3.6.1 Stabilité des réactifs et des étalons

De manière générale, les réactifs et les étalons doivent être conservés dans un local frais, sombre et sec pour rester utilisables pendant la période spécifiée. L'étiquetage des produits précise les conditions de stockage.

Il est toujours recommandé de dater les produits chimiques à leur réception et d'éliminer ainsi les produits les plus anciens en premier. Si la durée de validité des réactifs est inconnue ou incertaine, utilisez un étalon pour mesurer l'efficacité du réactif.

L'absorption d'humidité, de dioxyde de carbone ou de tout autre gaz en provenance de l'atmosphère, l'action bactérienne, de fortes températures ou l'exposition à la lumière (avec des composés photosensibles) peuvent affecter la durée de validité des réactifs.

Dans certains cas, une réaction avec le récipient de stockage ou une interaction de plusieurs composants peut se produire.

1.3.6.2 Blanc de réactif

Dans plusieurs analyses, la contribution du ou des réactifs à la mesure finale est d'une telle ampleur qu'elle doit être compensée à chaque analyse. Le blanc de réactif désigne les résultats d'analyse attribuables uniquement au réactif. Cela induit une erreur positive dans les résultats de test.

Les réactifs sont préparés avec un blanc aussi faible que possible. Pour la plupart des réactifs, il est inférieur à 0,009 unité d'absorbance. Cependant, il est parfois impossible ou difficile de créer un réactif avec un blanc aussi faible. Lorsque ce type de réactif est utilisé, il est préférable de trouver le blanc de réactif avec la procédure utilisant de l'eau de haute qualité (désionisée, distillée, etc.) au lieu d'étalonner l'appareil sur « zéro ». La valeur qui en résulte s'affiche avec les unités de concentration de l'analyse et est soustraite de chaque détermination d'échantillon utilisant le même lot de réactif. Les logiciels de spectrophotomètres et de colorimètres conservent et soustraient automatiquement la valeur du blanc de chaque valeur d'échantillon. Le blanc de réactif ne doit être déterminé que lors de la première utilisation, lorsqu'un nouveau lot de réactif est ouvert ou si une contamination est suspectée.

Dans la plupart des cas, le blanc de réactif est si faible que l'appareil risque d'être mis sur zéro sur une section non traitée de l'échantillon d'eau d'origine ou sur de l'eau désionisée. Cela ne diminue pas de manière significative l'exactitude, sauf si l'analyse porte sur des niveaux très faibles de la forme ciblée. Lorsqu'une analyse porte sur des niveaux très faibles de la forme chimique, il est préférable d'utiliser un blanc de réactif préparé comme indiqué ci-dessus.

1.3.7 Dilution d'échantillon

La plupart des analyses colorimétriques se basent sur des volumes de 10 ou 25 ml. Cependant, pour certaines analyses, la couleur développée dans l'échantillon peut être trop intense pour être mesurée en raison de niveaux élevés d'analytes ou des couleurs imprévues peuvent se développer en cas d'interférence. Dans l'un ou l'autre cas, diluez l'échantillon pour obtenir un point final mesurable ou pour rechercher les interférences.
Procédure de dilution d'échantillon :

1. Utilisez une pipette pour ajouter l'échantillon sélectionné dans une éprouvette graduée propre (ou un flacon jaugé pour un travail plus précis).
2. Remplissez l'éprouvette (ou le flacon) jusqu'au volume requis avec de l'eau désionisée.
3. Mélangez bien. Utilisez l'échantillon dilué pour terminer l'analyse.
   Le Tableau 5 donne les quantités relatives et les facteurs de multiplication à appliquer pour une éprouvette graduée de 25 ml. La concentration de l'échantillon est égale au résultat de l'échantillon dilué multiplié par le facteur de multiplication.
   Remarque : *pour les échantillons inférieurs ou égaux à 10 ml, utilisez une pipette pour mesurer et ajouter l'échantillon dans une éprouvette graduée ou un flacon jaugé.*

Tableau 5 Volumes de dilution d'échantillon

Volume de l'échantillon (ml)	quantité (ml) d'eau désionisée nécessaire pour obtenir un volume de 25 ml	Facteur de multiplication
25,0	0,0	1
12,5	12,5	2
10,0	15,0	2,5
5,0	20,0	5
2,5	22,5	10

Tableau 5 Volumes de dilution d'échantillon (suite)

Volume de l'échantillon (ml)	quantité (ml) d'eau désionisée nécessaire pour obtenir un volume de 25 ml	Facteur de multiplication
1,0	24,0	25
0,250	24,75	100

Des dilutions plus exactes peuvent être effectuées avec une pipette et un flacon jaugé de 100 ml (Tableau 6).

1. Utilisez une pipette pour ajouter l'échantillon. Diluez jusqu'au volume avec de l'eau désionisée.
2. Bouchez et retournez le récipient pour mélanger le contenu.

Tableau 6 Facteurs de multiplication pour une dilution à 100 ml

Volume de l'échantillon (ml)	Facteur de multiplication
1	100
2	50
5	20
10	10
25	4
50	2

1.3.7.1 Dilution de l'échantillon en présence d'interférences

La dilution d'un échantillon peut influer sur le niveau d'interférence d'une substance. L'effet de l'interférence s'amenuise proportionnellement à l'augmentation de la dilution. En d'autres termes, des niveaux plus élevés d'interférence peuvent être tolérés dans l'échantillon d'origine si ce dernier a été dilué avant l'analyse.

Exemple :

Le cuivre n'interfère pas à ou sous 100 mg/l pour un échantillon de 25 ml dans une procédure. Si le volume d'échantillon est dilué avec un volume égal d'eau, le niveau auquel le cuivre n'interfère pas sera :

Volume total ÷ Volume d'échantillon = Facteur de dilution

25 ÷ 12,5 = 2

Niveau d'interférence × Facteur de dilution = Niveau d'interférence dans l'échantillon

100 × 2 = 200

Le niveau auquel le cuivre n'interfère pas dans l'échantillon dilué est à ou sous 200 mg/l.

1.3.8 Ampoules AccuVac®

⚠ATTENTION

Risque de blessures corporelles. Les ampoules en verre ont des bords coupants lorsqu'elles sont ouvertes. Manipulez les ampoules à l'aide d'un équipement de protection individuelle approprié.

Les ampoules AccuVac contiennent une mesure prédosée de poudre ou liquide emballée sous vide dans une ampoule en verre de qualité optique.

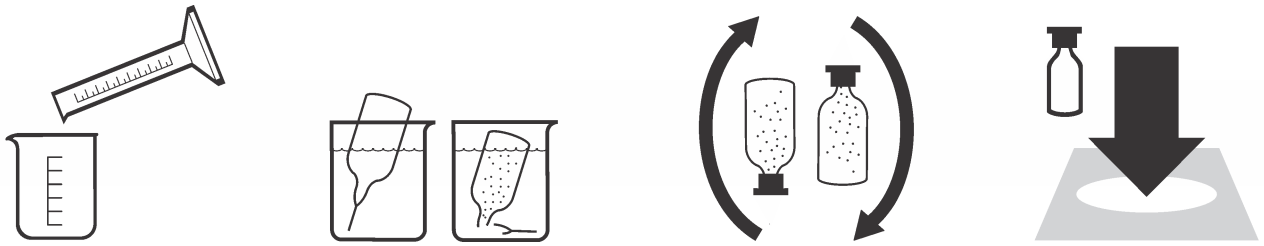
Procédure d'utilisation des ampoules AccuVac :

1. Prélevez un échantillon avec un bécher ou tout autre récipient ouvert.
2. Procédez de l'une des façons suivantes pour casser le bout de l'ampoule :

- Utilisez l'outil d'ouverture d'ampoule AccuVac (2405200) disponible en option. Reportez-vous à la section Utilisation de l'outil d'ouverture d'ampoule AccuVac à la page 18 pour plus d'instructions.
- Placez le bout de l'ampoule bien en dessous de la surface de l'échantillon et appuyez pour le casser contre la paroi du bécher (Figure 6). Il est important que le point de rupture soit sous la surface et ne laisse pas pénétrer d'air lorsque le niveau de l'échantillon baisse.

3. Placez un capuchon sur le bout de l'ampoule. Retournez l'ampoule plusieurs fois pour dissoudre le réactif. Le capuchon permet de se protéger contre les débris de verre et comporte une poignée permettant d'insérer les ampoules dans le porte-cuve et de les retirer. Essuyez l'ampoule avec un chiffon non pelucheux pour retirer les traces de doigts.
   Remarque : *sans le capuchon, le liquide reste dans l'ampoule même si cette dernière est à l'envers.*
4. Insérez l'ampoule dans le porte-cuve d'échantillon et lisez les résultats directement.

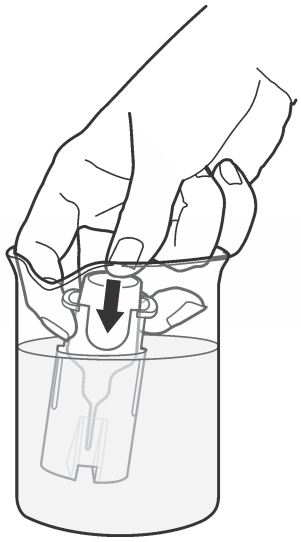
Figure 6 Utilisation des ampoules AccuVac



1.3.8.1 Utilisation de l'outil d'ouverture d'ampoule AccuVac

1. Tenez l'outil côté ouvert vers le haut.
2. Faites glisser doucement l'ampoule dans l'outil, pointe en premier, jusqu'à ce que la pointe repose sur le fond de l'outil.
3. Tenez l'outil entre l'index et le majeur (comme une seringue). L'ampoule étant pointe vers le bas, abaissez l'outil dans l'échantillon jusqu'à l'humidification de l'ampoule.
4. Appuyez sur le fond plat de l'ampoule avec le pouce (comme si vous enfonciez le piston d'une seringue) jusqu'à ce que le bout casse (Figure 7). Laissez l'ampoule se remplir avant de prendre l'échantillon.
5. Rincez la partie humide de l'outil et de l'ampoule avec de l'eau propre, si nécessaire. Enlevez l'ampoule de l'outil.
6. Mettez au rebut la pointe de l'ampoule, qui est restée dans l'outil, en utilisant un récipient adapté à ce type de déchet.

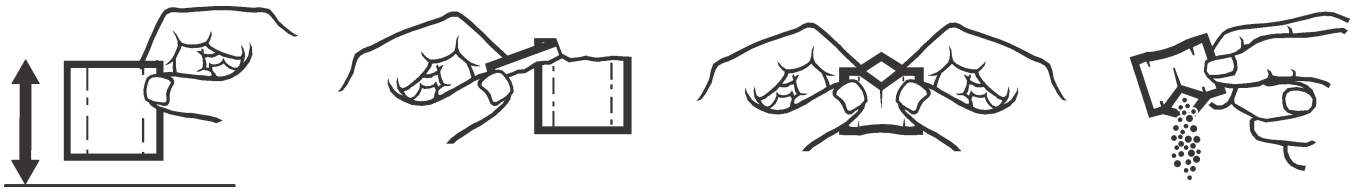
Figure 7 Utilisation de l'outil d'ouverture d'ampoule AccuVac



1.3.9 Sachets PermaChem®

Les sachets PermaChem contiennent des réactifs en poudre afin de réduire les risques de détérioration et de dispersion (Figure 8). Tenez le sachet éloigné de votre visage tandis que vous l'ouvrez.

Figure 8 Ouverture des sachets PermaChem



1.3.10 Cuves d'échantillon

Les appareils photométriques sont livrés avec un kit de cuves d'échantillon. Une même solution donne la même absorbance dans deux cellules (±0,002 Abs pour les cellules correctement étalonnées). Pour plus d'informations, reportez-vous à la section Etalonnage des cuves d'échantillon à la page 20.

Pour obtenir des résultats précis, utilisez uniquement les cuves d'échantillon spécifiées dans chaque procédure. En raison des différences de longueur de trajet optique des cuves, la substitution de cuves d'échantillon introduit des écarts d'analyse. Par exemple, les cuves carrées de 25,4 mm (1 pouce) ont une longueur de trajet optique supérieure d'environ 8 % à celle des cuves rondes de 25,4 mm (1 pouce). Par conséquent, le remplacement de cuves rondes par des cuves carrées induit un écart de mesure.

1.3.10.1 Orientation des cuves d'échantillon

Afin de réduire au minimum les écarts de mesure en fonction de la cuve utilisée, orientez systématiquement les cellules de la même façon avant de les placer dans leur porte-cuve. Les repères de remplissage des cuves facilitent l'orientation.

1.3.10.2 Conservation des cuves d'échantillon

Conservez les cuves d'échantillon dans les boîtes fournies à cet effet, afin de les protéger contre les rayures et la casse. Videz et nettoyez les cuves d'échantillon après utilisation. Ne laissez pas de solutions colorées dans les cuves d'échantillon pendant des périodes prolongées.

1.3.10.3 Nettoyage des cuves d'échantillon

⚠ATTENTION



Risque d'exposition chimique. Respectez les procédures de sécurité du laboratoire et portez tous les équipements de protection personnelle adaptés aux produits chimiques que vous manipulez. Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) à jour pour connaître les protocoles de sécurité applicables.

⚠ATTENTION



Risque d'exposition chimique. Mettez au rebut les substances chimiques et les déchets conformément aux réglementations locales, régionales et nationales.

La plupart des détergents de la laboratoires s'utilisent aux concentrations recommandées. Les détergents neutres, par exemple le Liquinox, sont plus sûrs quand un nettoyage régulier est nécessaire. Pour réduire le temps de nettoyage, augmentez la température ou utilisez un bain à ultrasons. Pour terminer le nettoyage, rincez plusieurs fois à l'eau déionisée, puis laissez sécher la cuve à échantillon à l'air.
Les cuves à échantillon peuvent également être nettoyées à l'acide, avant d'être rincées soigneusement à l'eau déionisée.

Remarque : *Toujours utiliser de l'acide pour nettoyer les cuves à échantillon destinées aux essais de basse teneur en métaux.*

Des méthodes de nettoyage spécifiques sont nécessaires pour certaines procédures. En cas d'utilisation d'une brosse pour nettoyer les cuves à échantillon, veillez à ne pas rayer la surface intérieure des cuves.

1.3.10.4 Etalonnage des cuves d'échantillon

Les cuves d'échantillon fournies avec le spectrophotomètre ne présentent pas de distorsions. Les entailles et rayures dues aux mouvements peuvent induire des différences optiques entre deux cuves d'échantillon et, par conséquent, des erreurs d'analyse. Afin d'empêcher ce type d'erreur, effectuez un étalonnage optique des cuves d'échantillon.

Remarque : *consultez le manuel de l'utilisateur du spectrophotomètre pour obtenir les instructions nécessaires à la sélection des longueurs d'onde et au réglage du zéro de l'appareil.*

1. Mettez l'appareil sous tension. Assurez-vous que le verrouillage d'écran est désactivé et que le mode de mesure est défini sur Continuous (Continu).
2. Sélectionnez une longueur d'onde de 510 nm ou toute autre longueur d'onde requise pour l'analyse.
3. Versez au moins 10 ml (25 ml pour les cuves de 25 ml) d'eau désionisée dans chacune des deux cuves d'échantillon.
4. Placez l'une des cuves d'échantillon dans le porte-cuve de l'appareil avec le repère de remplissage vers l'utilisateur.
5. Etalonnez le zéro de l'appareil.
6. Placez l'autre cuve d'échantillon dans le porte-cuve de l'appareil, toujours avec le repère de remplissage vers l'utilisateur.
7. Laissez la valeur se stabiliser et mesurez l'absorbance. Notez le résultat d'absorbance.
8. Faites tourner la cuve sur 180° et répétez l'étape 6. Essayez d'obtenir une valeur d'absorbance égale à ±0,002 Abs de celle de la première cuve. Notez l'orientation de la cuve.
   Si les cuves d'échantillon ne peuvent pas être étalonnées à ±0,002 Abs, vous pouvez toujours les utiliser à condition d'opérer un ajustement de la différence. Par exemple, si la deuxième cuve renvoie 0,003 unité d'absorbance de plus que la première cuve,

ajustez les mesures suivantes en conséquence (lorsque ces deux cuves sont utilisées). Soustrayez 0,003 unité d'absorbance (ou la concentration équivalente) de la mesure. De même, si la deuxième cuve renvoie –0,003 unité d'absorbance, ajoutez 0,003 unité d'absorbance à la mesure.

1.3.11 Autres accessoires

1.3.11.1 Régulateurs d'ébullition

Certaines procédures impliquent l'ébullition. Sous certaines conditions, l'ébullition risque d'entraîner des projections et par conséquent la perte d'échantillons, voire des blessures. Les projections sont dues à la conversion brutale, quasiment explosive, de l'eau en vapeur du fait de l'élévation de sa température. Un régulateur d'ébullition, tel que les granules pour ébullition (1483531), permet de réduire les risques de projection.
Veillez à ce que les régulateurs d'ébullition ne contaminent pas l'échantillon. N'utilisez pas plus d'une fois les régulateurs d'ébullition (sauf les microbilles de verre, 259600). Utilisez un bécher ou un flacon suffisamment large pour laisser un espace significatif au-dessus de la solution. Couvrez sommairement l'échantillon pendant la phase d'ébullition pour éviter les éclaboussures, réduire les risques de contamination et de perte d'échantillon.

Consultez les différentes procédures pour identifier le régulateur d'ébullition à utiliser.

1.3.12 Exactitude des mesures

1.3.12.1 Pipettes et éprouvettes graduées

⚠ATTENTION

Risque d'exposition chimique. Le haut de la pipette est ouvert. Utilisez systématiquement une pro-pipette pour placer du liquide dans une pipette.

Plus la quantité d'échantillon est faible, plus l'exactitude des mesures devient importante. La Figure 9 montre la façon correcte de lire le volume d'échantillon lorsque le liquide forme un ménisque en mouillant la paroi de la pipette ou de l'éprouvette.

Rincez la pipette ou l'éprouvette deux ou trois fois avec l'échantillon à analyser avant de la remplir. Utilisez une pro-pipette pour aspirer le liquide. Maintenez la pointe de la pipette sous la surface du liquide pendant la phase de remplissage. Les pipettes sérologiques comportent des traits qui indiquent le volume délivré par la pipette. Les graduations peuvent aller jusqu'à la pointe de la pipette ou seulement sur la partie droite du tube.

Si les traits sont seulement sur la partie droite du tube :

1. Remplissez les pipettes sérologiques jusqu'au repère zéro.
2. Pour enlever l'échantillon, laissez le liquide s'écouler jusqu'à ce que le ménisque indique la graduation voulue.

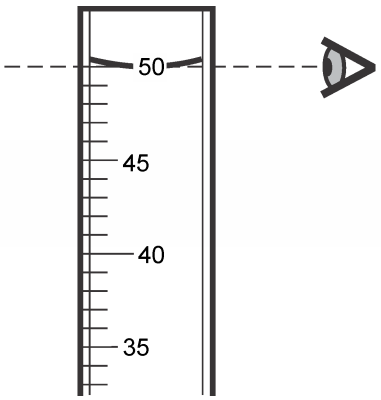
Si la pipette sérologique est graduée jusqu'à la pointe :

1. Remplissez la pipette jusqu'au volume souhaité.
2. Laissez tout l'échantillon s'écouler de la pipette.
3. Pour des mesures précises, utilisez une pro-pipette pour souffler la dernière goutte d'échantillon reposant sur le bout de la pipette de mesure.

Les pipettes jaugées (de transfert) ont un renflement au milieu et un seul trait de jauge sur la partie supérieure pour indiquer le volume qui sera délivré lorsque la pipette sera remplie jusqu'au trait. Pour vider une pipette de ce type, tenez la pointe légèrement inclinée contre la paroi du récipient et laissez le liquide s'écouler. Ne tentez pas de faire couler la petite partie de solution restant dans la pointe. Ces pipettes jaugées sont fabriquées de telle façon qu'une petite quantité d'échantillon reste dans leur pointe.

Si des gouttes d'échantillon restent sur les parois de la pipette, la pipette est sale et ne délivre pas le volume correct d'échantillon. Lavez soigneusement la pipette avec un détergent de laboratoire ou une solution de nettoyage et rincez plusieurs fois avec de l'eau désionisée.

Figure 9 Lecture du ménisque



1.3.12.2 Cuve Pour-Thru™

La cuve à circulation est un accessoire facultatif qui augmente la précision et facilite les mesures pour les méthodes au liquide rapide. Les méthodes qui utilisent des cuves d'échantillon et des échantillons de 25 ml peuvent utiliser la cuve à circulation spécifiée dans la procédure. La cuve à circulation ne peut pas être utilisée avec des réactifs et des échantillons de 10 ml. La cuve à circulation ne peut pas être utilisée directement avec une méthode à moins d'être spécifiée dans la procédure. Pour plus d'informations, reportez-vous au manuel de l'utilisateur du photomètre.
Reportez-vous au manuel de l'utilisateur du photomètre pour plus de détails sur l'installation et l'utilisation.

- Versez la solution dans l'entonnoir du module à cuve à circulation. Ne renversez pas de solution sur l'appareil.
- La hauteur de l'entonnoir et l'orientation peuvent être ajustées. La hauteur de l'entonnoir détermine la vitesse de circulation de l'échantillon dans la cuve. Plus l'entonnoir est élevé, plus le flux est rapide.
- Pour éviter les bulles d'air, réglez l'entonnoir afin qu'il évacue complètement le dernier niveau de liquide du tube, environ 5 cm (2 pouces) sous le bout de l'entonnoir.
- Attendez la fin de l'écoulement dans la cuve avant de prendre des mesures avec un appareil.
- Rincez abondamment la cuve à l'eau désionisée après chaque série d'analyses, ou aussi souvent que spécifié dans la procédure.

De temps à autre, enlevez la cuve à circulation pour rechercher tous signes d'accumulation de film sur les fenêtres. Si les fenêtres ne sont pas totalement transparentes et présentent un film, laissez tremper la cuve dans un bain de détergent et rincez-la soigneusement à l'eau désionisée.

1.4 Analyse chimique

1.4.1 Prise, préservation et stockage d'échantillons

Un prélèvement et un stockage convenables sont essentiels pour l'exactitude de chaque analyse. Nettoyez soigneusement les systèmes de prélèvement et les récipients pour minimiser la contamination par les échantillons précédents. Conservez l'échantillon selon les informations spécifiques d'analyse sur la conservation des échantillons.

1.4.1.1 Collecte d'échantillons d'eau

Utilisez un récipient propre. Rincez abondamment ce récipient avec l'eau à analyser, puis prenez un échantillon. Documentez l'emplacement et la procédure utilisée pour chaque échantillon. Par exemple :

Robinet : prenez les échantillons aussi près que possible de la source de distribution d'eau. Ceci réduit l'influence du système de distribution sur l'échantillon. Assurez-vous qu'il y a suffisamment d'eau pour purger le système. Remplissez doucement les récipients avec les échantillons avec un débit faible afin d'éviter les turbulences et les bulles d'air.

Puits : laissez la pompe fonctionner le temps nécessaire pour faire remonter de l'eau provenant directement de la nappe souterraine. Prenez un échantillon à un robinet proche du puits.

Eau libre : prenez l'échantillon aussi près que possible du milieu du plan d'eau, à au moins quelques mètres du rivage ou du bord du réservoir. Prenez l'échantillon sous la surface de l'eau. Si vous utilisez un récipient bouché, débouchez-le uniquement sous la surface.

1.4.1.1.1 Types de récipient

Il est recommandé d'utiliser des récipients différents en fonction des paramètres.

- Polypropylène et polyéthylène
- Quartz ou TFE (tétrafluoroéthylène, Téflon®) : qualité et prix supérieurs
- Verre : le verre donne un récipient de bonne qualité et polyvalent. N'utilisez pas de récipients en verre tendre pour prélever les échantillons servant à identifier la présence de métaux dans la gamme µg/l.

Pour rechercher de l'argent, placez les échantillons dans des récipients sombres, comme du verre orange ou brun.

Lavez à l'acide les récipients d'échantillons de façon à ce qu'ils soient parfaitement propres avant leur utilisation.

1.4.1.1.2 Lavage acide

Si une procédure recommande le lavage à l'acide, procédez comme suit :

1. Nettoyez le matériel en verre ou en plastique avec du détergent pour laboratoire. Il est préférable d'utiliser des détergents sans phosphate. Si vous devez déterminer la présence de phosphates, il est essentiel de toujours utiliser un détergent sans phosphate.
2. Rincez abondamment à l'eau du robinet.
3. Rincez avec une solution d'acide chlorhydrique au 1/2 ou d'acide nitrique au 1/2. Pour rechercher du plomb et autres métaux, l'acide nitrique est préférable.
4. Rincez abondamment à l'eau désionisée. Dans le cas du chrome, 12 à 15 rinçages peuvent être nécessaires. Pour rechercher de l'ammoniaque ou de l'azote Kjeldahl, assurez-vous que l'eau de rinçage ne contient pas d'ammoniaque.
5. Séchez le récipient à l'air. Rangez le matériel en verre de façon à le protéger contre les fumées et autres sources de contamination.

Utilisez de l'acide chromique ou des substituts sans chrome pour éliminer les dépôts organiques des récipients en verre. Ensuite, rincez abondamment à l'eau pour éliminer toutes traces de chrome.

Assurez-vous que des métaux traces provenant de récipients, de filtres d'eau distillée ou à membrane ne contaminent pas l'échantillon.

1.4.1.1.3 Division d'échantillon

Les échantillons doivent souvent être répartis dans différents récipients, pour le laboratoire ou en vue d'échange avec un autre site, afin d'appliquer les techniques d'étude, de confirmation et autres, ou pour conserver des échantillons supplémentaires pour référence et études de stabilité.

Il est essentiel que la division d'un échantillon se fasse dans de bonnes conditions :

- Prélevez un gros volume d'échantillon dans un récipient unique et transférez-le dans des récipients plus petits. Ne remplissez pas les plus petits récipients individuellement à la source.
- Agitez bien les échantillons contenant des particules ou des solides avant de les diviser, afin de vous assurer que les échantillons sont tous homogènes.
- Vous devez filtrer l'échantillon non seulement avant son analyse ou son stockage, mais également avant sa division.
- Utilisez le même type de récipient pour tous les échantillons.
- Analysez les échantillons ainsi divisés et contenant des composants biologiques actifs le même jour, ou dans les plus brefs délais.
- Préservez tous les échantillons divisés de la même façon. Si cela n'est pas possible, documentez les méthodes utilisées.
- Lorsque vous recherchez des contaminants volatils, remplissez les récipients de sorte qu'ils débordent et bouchez-les soigneusement. Ne laissez pas d'air dans le récipient.

1.4.1.2 Stockage et préservation

Les processus chimiques et biologiques poursuivent leur action après la prise, il est donc préférable d'analyser les échantillons dès que possible. Une analyse immédiate réduit les risques d'erreur et nécessite moins de travail. Si toutefois cela n'est pas possible, préservez l'échantillon. Les méthodes de préservation incluent le contrôle du pH, l'ajout de produits chimiques, la réfrigération et la congélation.

La comparaison des directives internationales relatives à l'eau potable avec celles sur l'eau en bouteille de la FDA (Food and Drug Administration, agence américaine des produits alimentaires et médicamenteux) donne un aperçu des méthodes de préservation et des temps de rétention pour des procédures spécifiques.

Les échantillons pour l'analyse de l'aluminium, du cadmium, du chrome, du cobalt, du cuivre, du fer, du plomb, du nickel, du potassium, de l'argent et du zinc peuvent être préservés pendant au moins 24 heures en appliquant les instructions suivantes.

1. Ajoutez environ 2,5 ml de solution d'acide nitrique au 1/2 (254049) par litre d'échantillon jusqu'à obtenir un pH inférieur ou égal à 2.
2. Vérifiez le pH au papier témoin de pH ou au pH-mètre pour vous assurer que le pH est inférieur ou égal à 2. Ajoutez des sachets supplémentaires si nécessaire.
3. Ajustez le pH de l'échantillon avant l'analyse. Elevez le pH à 4,5 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 1 N ou 5 N.

1.4.1.2.1 Préservation d'échantillon

La comparaison des directives internationales relatives à l'eau potable avec celles sur l'eau en bouteille de la FDA (Food and Drug Administration, agence américaine des produits alimentaires et médicamenteux) donne un aperçu des méthodes de conservation et des temps de rétention* pour les procédures spéciales. Reportez-vous à la Tableau 7.

Tableau 7 Récipients nécessaires, techniques de préservation et temps de rétention

Nom du paramètre	Récipient[1]	Préservation[2,3]	Temps de rétention maximal[4]
Tests bactériologiques			
Coliformes totaux et fécaux	P, V	Réfrigérez entre 4 et moins de 10 °C, 0,0008 % $Na_2S_2O_3$	8 heures
Streptocoques fécaux	P, V	Réfrigérez entre 4 et moins de 10 °C, 0,0008 % $Na_2S_2O_3$	8 heures

* Ce tableau s'appuie sur le Tableau II du « Code of Federal Regulations », Vol 77, No. 97/Friday, May 18, 2012/Rules and Regulations, pages 29806–29809. La plupart des analyses organiques ne sont pas incluses.

Tableau 7 Récipients nécessaires, techniques de préservation et temps de rétention (suite)

Nom du paramètre	Récipient[1]	Préservation[2,3]	Temps de rétention maximal[4]
Analyses de toxicité aquatique			
Toxicité, aiguë et chronique	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	36 heures
Tests chimiques			
Acidité	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	14 jours
Alcalinité	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	14 jours
Ammoniaque	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C H_2SO_4 à un pH inférieur à 2	28 jours
Demande biochimique en oxygène (DBO)	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures
Demande biochimique en oxygène, carbonée (DBOC)	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures
Bore	P, PFTE ou quartz	HNO_3 à un pH inférieur à 2	6 mois
Bromure	P, V	Non nécessaire	28 jours
Demande chimique en oxygène (DCO)	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, H_2SO_4 à un pH inférieur à 2	28 jours
Chlorure	P, V	Non nécessaire	28 jours
Chlore total résiduel	P, V	Non nécessaire	Analysez immédiatement
Couleur	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures
Cyanure total et accessible à la chloration	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, NaOH à un pH supérieur à 12, 0,6 g d'acide ascorbique[5]	14 jours[6]
Fluor	P	Non nécessaire	28 jours
Dureté	P, V	HNO_3 à un pH inférieur à 2, H_2SO_4 à un pH inférieur à 2	6 mois
Ion hydrogène (pH)	P, V	Non nécessaire	Analysez immédiatement
Azote Kjeldahl et organique	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, H_2SO_4 à un pH inférieur à 2	28 jours
Métaux[7]			
Chrome VI	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, $(NH_4)_2SO_4$ - tamponner au pH 9,3 – 9,7	28 jours[8]
Mercure	P, V	HNO_3 à un pH inférieur à 2	28 jours
Métaux, sauf le bore, le chrome VI et le mercure	P, V	HNO_3 à un pH inférieur à 2	6 mois
Nitrate	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures
Nitrate-nitrite	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, H_2SO_4 à un pH inférieur à 2	28 jours
Nitrite	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures
Huile et graisse	V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, HCl ou H_2SO_4 à un pH inférieur à 2	28 jours

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 7 Récipients nécessaires, techniques de préservation et temps de rétention (suite)

Nom du paramètre	Récipient[1]	Préservation[2,3]	Temps de rétention maximal[4]
Carbone organique	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, HCl ou H_2SO_4 ou H_3PO_4 à un pH inférieur à 2	28 jours
Orthophosphate	P, V	Filtrez immédiatement ; réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures
Oxygène dissous, par sonde	V, flacon et bouchon	Non nécessaire	Analysez immédiatement
Winkler	V, flacon et bouchon	Analysez sur place et stockez dans le noir	8 heures
48. Phénols	V seulement	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, H_2SO_4 à un pH inférieur à 2	28 jours
Phosphore élémentaire	V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures
Phosphore total	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, H_2SO_4 à un pH inférieur à 2	28 jours
Résidus totaux	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	7 jours
Résidus filtrables	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	7 jours
Résidus non filtrables (total des matières solides en suspension)	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	7 jours
Résidus décantables	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures
Résidus volatils	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	7 jours
Silice	P, PFTE ou quartz	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	28 jours
Conductivité spécifique	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	28 jours
Sulfate	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	28 jours
Sulfure	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C, ajoutez de l'acétate de zinc + hydroxyde de sodium à pH > 9	7 jours
Sulfite	P, V	Non nécessaire	Analysez immédiatement
Surfactants	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures
Température	P, V	Non nécessaire	Analysez immédiatement
Turbidité	P, V	Réfrigérez, 4 ≤ 6 °C	48 heures

[1] Polyéthylène (P), verre (G) ou téflon PTFE

[2] Les mesures de préservation doivent s'appliquer immédiatement lors de la prise de l'échantillon. Pour les échantillons chimiques composites, chaque portion doit être préservée au moment de la prise. Lorsque l'emploi d'un préleveur automatique rend impossible la préservation de chaque portion, les échantillons chimiques peuvent être préservés à 4 ≤ 6 °C jusqu'à la fin du prélèvement.

[3] Lorsque des échantillons doivent être expédiés par un transporteur externe ou en utilisant le service postal des Etats-Unis, il doit se conformer aux règlements du ministère américain des transports concernant les matières dangereuses (49 CFR, section 172). Il est de la responsabilité de l'expéditeur de se conformer à la réglementation sur le transport des substances dangereuses en vigueur dans le pays concerné. Concernant les critères de préservation du tableau II, les autorités américaines (représentées par l'Office of Hazardous Materials, le Materials Transportation Bureau et le ministère des transports) estiment que les règlements sur les matières dangereuses ne s'appliquent pas aux substances suivantes : acide chlorhydrique (HCl) dans les solutions à base d'eau à des concentrations inférieures ou égales à 0,04 % par poids (pH d'environ 1,96 ou plus) ; acide nitrique (HNO_3) dans les solutions à base d'eau avec des concentrations inférieures ou égales à 0,15 % par poids (pH supérieur ou égal à 1,62) ; acide sulfurique (H_2SO_4) dans les solutions à base d'eau avec des concentrations inférieures ou égales à 0,35 % par poids (pH supérieur ou égal à 1,15) ; et hydroxyde de sodium

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

(NaOH) dans les solutions à base d'eau avec des concentrations inférieures ou égales à 0,080 % par poids (pH inférieur ou égal à 12,30).

[4] Les échantillons doivent être analysés dès que possible après leur prise. Les temps indiqués sont les temps maximaux pendant lesquels les échantillons peuvent être conservés avant analyse et les résultats considérés comme valables. Les échantillons ne peuvent être conservés plus longtemps que si le détenteur du permis ou le laboratoire de supervision dispose de données indiquant que les types d'échantillon en cours d'étude resteront stables pendant ce délai supplémentaire et que le détenteur du permis bénéficie d'une dérogation de la part des autorités locales, conformément à l'alinéa 136.3(e). Certains échantillons peuvent ne pas être stables pendant la période maximale donnée dans le tableau. Le détenteur du permis ou le laboratoire de supervision est dans l'obligation de raccourcir la période de conservation si des données indiquent que ceci est nécessaire pour assurer la stabilité de l'échantillon. Reportez-vous à l'alinéa 136.3(e) pour plus de détails. L'expression « analyser immédiatement » signifie généralement dans les 15 minutes après la prise de l'échantillon.

[5] Doit être utilisé seulement en présence de chlore résiduel.

[6] Le temps maximal de conservation est de 24 heures en présence de sulfure. Tous les échantillons peuvent être testés avec un papier à l'acétate de plomb avant les ajustements de pH pour déterminer la présence de sulfure. Dans ce cas, il peut être éliminé par addition de nitrate de cadmium en poudre jusqu'à réaction négative. L'échantillon doit être filtré, puis traité par ajout de NaOH jusqu'au pH 12.

[7] Les échantillons doivent être filtrés immédiatement sur site avant addition de conservateurs pour les métaux dissous.

[8] D'après la réglementation 40 CFR 136.3. Pour obtenir le temps de conservation de 28 jours, utilisez la solution tampon de sulfate d'ammonium spécifiée dans la méthode 218.6 de l'EPA. Dissolvez 38 g de sulfate d'ammonium dans 75 ml d'eau ASTM de type I et ajoutez 6,5 ml d'hydroxyde d'ammonium. Diluez à 100 ml avec de l'eau aux normes ASTM de type I. Ajustez le pH sur 9 à 9,5 avec le tampon et corrigez en fonction des additions de volume.

1.4.1.2.2 Factorisation de la correction de volume

Lorsque vous utilisez un gros volume de conservateur ou de neutralisant, tenez compte de la dilution par l'acide qui a été ajouté pour conserver l'échantillon et/ou la base afin d'adapter le pH à la gamme de la procédure. Procédez de la façon suivante pour opérer cette correction :

1. Prenez le volume de l'échantillon initial, le volume d'acide et de base ajouté et le volume final et total de l'échantillon.
2. Divisez le volume total par le volume initial.
3. Multipliez les résultats du test par les résultats de l'étape 2.

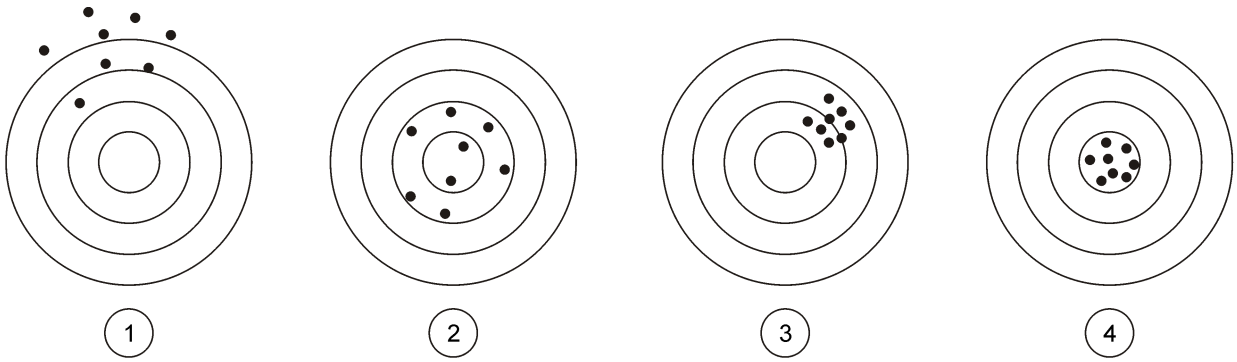
   Exemple :
   Un échantillon de 1 l a été conservé avec 2 ml d'acide nitrique. Il a été neutralisé avec 5 ml d'hydroxyde de sodium 5 N. La procédure d'analyse donne 10,00 mg/l. Quels sont le facteur de correction du volume et le résultat correct ?

   1. Volume total = 1 000 ml + 2 ml + 5 ml = 1 007 ml
   2. 1 007 ÷ 1 000 = 1,007 = facteur de correction du volume
   3. 10 mg/l × 1,007 = 10,07 mg/l = résultat correct

1.4.1.3 A propos de l'exactitude et la précision

L'exactitude définit à quel point une valeur d'analyse est proche de la valeur réelle. La précision définit dans quelle mesure les valeurs de différentes mesures sont proches les unes des autres. Des résultats précis peuvent laisser supposer qu'ils sont exacts, néanmoins il subsiste toujours un risque d'inexactitude. L'exactitude et la précision des résultats d'analyse peuvent être évaluées au moyen d'additions d'étalon ou de solutions étalon. Reportez-vous à la Figure 10.

Figure 10 Distinction entre précision et exactitude



1 Inexact, imprécis	**3** Précis, inexact
2 Exact, imprécis	**4** Exact et précis

1.4.1.4 Solutions étalon

Les solutions étalon peuvent être commandées sous forme de réactif préparé ou fabriquées en laboratoire. Il s'agit d'une solution dont la composition et la concentration sont connues. L'exactitude du système d'analyse peut être identifiée avec une solution étalon en remplacement de l'échantillon d'eau dans le cadre d'une procédure.

1.4.1.5 Additions d'étalon

L'addition d'étalon est une technique courante pour la vérification de l'exactitude des résultats d'analyses. Egalement appelée « méthode des ajouts connus », cette technique permet de vérifier les interférences, la validité des réactifs, des appareils et des procédures.

Pour appliquer la technique d'ajout d'étalon, ajoutez une petite quantité mesurée de solution étalon à l'échantillon et effectuez à nouveau l'analyse. Utilisez les mêmes réactifs, le même équipement et la même technique. Vous devez obtenir une reprise de près de 100 % pour chaque ajout. Sinon, cela signifie qu'un problème est survenu.

Si la technique d'ajout d'étalon est satisfaisante pour l'analyse, la procédure comporte des informations relatives à la méthode par addition d'étalon dans la section Vérification de l'exactitude. Suivez les instructions détaillées de cette section.

Si vous obtenez une reprise de pratiquement 100 % pour chaque ajout, tout fonctionne correctement et vos résultats sont corrects.

Si vous n'obtenez pas une reprise de près de 100 % pour chaque ajout, un problème est survenu. Vous pouvez déterminer s'il s'agit d'une interférence en répétant les additions d'étalon avec de l'eau désionisée utilisée comme échantillon. Si vous obtenez alors une reprise de pratiquement 100 % pour chaque ajout, il s'agit d'une interférence.

Si les résultats indiquent une bonne reprise avec de l'eau désionisée, utilisez cette liste de vérification pour identifier le problème :

1. Assurez-vous que la procédure est suivie correctement :
   - **a.** Utilisez-vous les réactifs appropriés dans le bon ordre ?
   - **b.** Attendez-vous le temps nécessaire au développement de la coloration ?
   - **c.** Le matériel en verre adapté est-il utilisé ?
   - **d.** Le matériel en verre est-il propre ?
   - **e.** La méthode nécessite-t-elle une température d'échantillon spécifique ?
   - **f.** Le pH de l'échantillon est-il dans la gamme correcte ?

   La procédure écrite doit vous aider à répondre à ces questions.
2. Consultez le manuel de l'appareil pour connaître ses performances.

3. Vérifiez les réactifs. Répétez les additions d'étalon en utilisant de nouveaux réactifs récents. Si les résultats sont bons, les premiers réactifs étaient défectueux.
4. Si rien d'autre n'est mauvais, la solution étalon est certainement défectueuse. Répétez les additions d'étalon en utilisant un nouvel étalon.

Si le problème persiste, contactez l'assistance technique. Vous trouverez ces coordonnées sur le site Web pour chaque pays.

1.4.1.6 Contre-vérification d'une analyse en cas de résultats douteux

Si les résultats de l'une des techniques chimiques paraissent douteux, procédez de la façon suivante pour les vérifier.

1. Procédez à la vérification de l'exactitude. Appliquez à une solution étalon, dont la concentration est connue, les mêmes procédés que pour l'échantillon d'origine. Incluez les phases de prélèvement et de stockage, de minéralisation et de détermination colorimétrique, le cas échéant. Si les résultats de la solution étalon sont corrects, passez à l'étape 4. En cas d'écart par rapport aux résultats attendus, passez à l'étape 2.
2. Si la vérification des solutions étalon ne donne pas les résultats prévus, vérifiez les appareils et revoyez la procédure de la méthode de la façon suivante :
   a. Assurez-vous que le programme d'analyse correct est sélectionné.
   b. Assurez-vous que les unités de concentration de l'étalon sont identiques aux unités constatées. (L'une des autres formes possibles de l'analyte peut être affichée.) Par exemple : le molybdène peut s'afficher sous la forme Mo au lieu de MoO_4.
   c. Assurez-vous que les cuves d'échantillon spécifiées dans la procédure sont utilisées.
   d. Assurez-vous que les réactifs sont corrects par rapport à la taille de l'échantillon en cours d'analyse.
   e. Assurez-vous que la valeur enregistrée du blanc de réactif correspond bien à la procédure en cours. En effet, elle peut provenir d'un lot précédent de réactifs et, par conséquent, ne pas être représentative du lot de réactifs actuel.
   f. Assurez-vous que l'ajustement de la courbe d'étalonnage (ajustement d'étalon) est appliqué. La valeur par défaut d'étalonnage doit être utilisée en premier pour vérifier l'étalon.
   g. Assurez-vous que l'option du facteur de dilution est correcte.

   Si la configuration de l'appareil est correcte et si les instructions de la procédure de la méthode sont appliquées correctement, passez à l'étape 3.
3. Si la vérification de la solution étalon ne donne pas les résultats attendus, vérifiez les réactifs utilisés au cours de l'analyse, ainsi que la technique analytique en appliquant les instructions suivantes :
   a. Déterminez l'âge des réactifs utilisés pendant l'analyse. De nombreux facteurs ont un impact sur la validité d'un réactif (p. ex., température de stockage, conditions de stockage, contamination microbienne). Remplacez les réactifs douteux et vérifiez à nouveau les étalons.
   b. Faites un blanc d'eau désionisée ou distillée pendant toute la durée du processus (ce qui inclut le prélèvement et le stockage, la minéralisation et la détermination colorimétrique). Certains produits chimiques induisent une petite quantité de couleur dans les analyses. Ceci est normal. Cependant, un développement de couleur supérieur de 10 % par rapport à la gamme d'analyse peut être dû à un problème au niveau d'un réactif ou de l'eau de dilution.
   c. Pour résoudre les problèmes de la procédure, procédez par élimination. Commencez par préparer une solution étalon, ignorez les phases de préservation et de stockage, et procédez uniquement à la minéralisation et à la

colorimétrie. Si cette analyse est correcte, examinez la procédure utilisée pour conserver l'échantillon. Assurez-vous qu'il s'agit bien de la procédure prescrite pour le paramètre sélectionné. Si l'échantillon est acidifié pour le stockage, assurez-vous que l'acide spécifié a bien été utilisé et que le pH de l'échantillon a été ajusté correctement avant son analyse.

Si la vérification de l'étalon reste incorrecte, basez-vous uniquement sur la colorimétrie. Si les résultats sont corrects, vérifiez la procédure de minéralisation. Assurez-vous que la quantité de réactifs utilisés et le pH après minéralisation sont corrects dans le cadre de la procédure. Reportez-vous à la procédure correspondant au paramètre en cours de vérification.

4. Si la solution étalon renvoie une valeur correcte alors que ceux de l'échantillon sont douteux, l'échantillon peut subir une interférence. Pour rechercher une interférence :

   a. Faites un ajout à l'échantillon. Faites un essai avec addition d'étalon et non pas de solution étalon pour inclure toutes les interférences possibles.

   b. Pour vérifier les cuves contenant de nouveaux échantillons d'eau, ajoutez une quantité d'étalon égale au double de la concentration de l'échantillon.

   c. Traitez les deux échantillons avec les mêmes réactifs, les mêmes appareils et la même technique. L'échantillon chargé doit présenter une augmentation égale à la quantité d'étalon ajoutée.

   d. Calculez le pourcentage de reprise comme indiqué ci-dessous. Dans l'idéal, les résultats doivent être de 100 %. Les résultats variant de 90 à 110 % sont acceptables. Reportez-vous aux notes de procédure concernant les interférences possibles et les moyens de prévention.

   e. Effectuez une série de dilutions de l'échantillon. Vérifiez que l'échantillon est compris dans la gamme d'analyse. Les échantillons en dehors de la gamme de la méthode d'analyse risquent de renvoyer des résultats erronés en raison du sur ou sous-développement de la couleur, de l'excès de turbidité, voire de la décoloration de l'échantillon. Effectuez une série de dilutions pour vérifier cette possibilité.

   f. Si la source de l'interférence reste inconnue, diluez l'échantillon au-delà du point d'interférence. Il s'agit souvent du moyen le plus économique et le plus efficace d'obtention des résultats corrects. S'il est impossible de diluer une interférence sans diluer le paramètre à mesurer, utilisez une autre méthode, telle qu'un autre produit chimique ou une électrode sélective d'ions pour mesurer le paramètre.

1.4.1.6.1 Calcul du pourcentage de reprise

Procédure de calcul du pourcentage de reprise :

1. Mesurez la concentration de l'échantillon inconnu.
2. Calculez la concentration théorique de l'échantillon chargé :
   Concentration théorique = $(C_i \times V_i) + (C_{é} \times V_{é}) \div V_i + V_{é}$

   Où :

   C_i = concentration mesurée de l'échantillon inconnu

   V_i = volume de l'échantillon inconnu

   $C_{é}$ = concentration de l'étalon

   $V_{é}$ = volume de l'étalon
3. Mesurez la concentration de l'échantillon chargé.
4. Divisez la concentration de l'échantillon chargé par la concentration théorique et multipliez-la par 100.
   Par exemple :
   Des tests ont été menés sur un échantillon pour rechercher du manganèse et le résultat est de 4,5 mg/l. 97 ml du même échantillon ont été chargés avec 3 ml d'une solution étalon de manganèse de 100 mg/l. La solution chargée a été analysée à

nouveau afin de rechercher le manganèse avec la même méthode. Le résultat est de 7,1 mg/l.

La concentration théorique de l'échantillon chargé égale :

(4,5 mg/l × 97 ml) + (100 mg/l × 3 ml) ÷ 97 ml + 3 ml = 7,4 mg/l

Le pourcentage de reprise chargé égale :

(7,1 mg/l ÷ 7,4 mg/l) x 100 = 96 %

1.4.1.6.2 Calcul préconisé par l'USEPA

L'USEPA impose des critères de calcul plus stricts pour le pourcentage de reprise. Cette formule calcule le pourcentage de reprise uniquement pour l'étalon ajouté à l'échantillon chargé et donne une valeur inférieure à celle du calcul ci-dessus. Le document de référence SW-846 de l'USEPA comporte une explication complète du mode de calcul de l'USEPA. Formule de calcul du pourcentage de reprise de l'USEPA :

$\%R = 100 (X_s – X_u) \div K$

Où :

X_s = valeur mesurée de l'échantillon chargé

X_u = valeur mesurée de l'échantillon non chargé, ajustée en fonction de la dilution du volume ajouté

K = valeur connue de l'ajout dans l'échantillon

Par exemple :

Un échantillon fait 10 mg/l. Une autre portion de 100 ml du même échantillon a été complétée avec 5 ml d'une solution étalon de 100 mg/l. La solution chargée a été mesurée avec la même méthode que l'échantillon d'origine. Le résultat est de 13,7 mg/l.

X_s = 13,7 mg/l

X_u = (10 mg/l × 100 ml) ÷ 105 ml = 9,5 mg/l

K = (5 ml × 100 mg/l) ÷ 105 ml = 4,8 mg/l

%R = (100 × (13,7 mg/l – 9,5 mg/l)) ÷ 4,8 mg/l = 88 %

Les valeurs admissibles de pourcentage de reprise vont de 80 à 120 %.

1.4.1.7 Réglage de la courbe standard

La mémoire des spectrophotomètres comporte généralement de nombreux programmes installés de façon permanente. Un programme comprend généralement une courbe d'étalonnage préprogrammée. Chaque courbe est le résultat d'un étalonnage complet effectué dans les conditions idéales et convient normalement pour la plupart des analyses. Des différences par rapport à la courbe d'étalonnage peuvent se produire en utilisant des réactifs défectueux, des cuves d'échantillon endommagées, une méthode erronée, une procédure d'analyse incorrecte ou d'autres causes qui peuvent être corrigées. Des interférences de substances ou d'autres causes peuvent être hors du contrôle de l'analyste.

Dans certaines situations, l'utilisation de la courbe préprogrammée peut ne pas être adaptée pour :

- analyser des réactifs qui sont très variables d'un lot à l'autre ;
- effectuer des analyses lorsque de fréquentes vérifications de la courbe d'étalonnage sont exigées ;
- analyser des échantillons qui donnent une interférence constante.
- Gardez à l'esprit les questions suivantes avant d'ajuster la courbe d'étalonnage :
    - Les résultats des analyses ultérieures seront-ils améliorés en ajustant la courbe ?
    - Les interférences sont-elles constantes dans tous les échantillons à analyser ?
    - La limite de détection estimée, la sensibilité, la précision et la gamme de test fournies avec la procédure risquent de ne pas s'appliquer à une courbe d'étalonnage ajustée.

Les courbes d'étalonnage peuvent être ajustées au moyen des étapes figurant dans la procédure d'analyse. De manière générale, ajoutez les réactifs de test dans un blanc et une solution étalon. Il est important d'appliquer scrupuleusement la procédure. Après l'ajustement, il est conseillé de préparer des solutions étalon à plusieurs concentrations afin de s'assurer que la courbe ajustée est satisfaisante. Réalisez des additions d'étalon sur des échantillons types pour déterminer si la courbe ajustée est acceptable.

L'ajustement d'une mesure se fait en deux temps. Tout d'abord, l'appareil mesure l'échantillon sur la base de l'étalon préprogrammé. Ensuite, l'appareil multiplie cette mesure avec un facteur d'ajustement. Ce facteur est identique pour toutes les concentrations. L'appareil mémorise le facteur jusqu'à ce que le programme soit excité et affiche l'icône d'ajustement d'étalon. Pour revenir à la courbe préprogrammée, sélectionnez le programme stocké à l'origine, dans le menu principal.

1.4.2 Interférences

Les interférences sont dues à des contaminants de l'échantillon qui peuvent provoquer des changements de développement de la couleur, de la turbidité ou des couleurs et odeurs inhabituelles, et par conséquent induire des erreurs dans les résultats. La liste des interférences les plus communes est incluse pour chaque procédure. Les réactifs sont formulés de façon à supprimer la plupart des interférences. Pour supprimer les autres interférences, prétraitez l'échantillon comme indiqué dans la procédure.

Des bandelettes de test sont à votre disposition pour la plupart des interférences communes. Elles permettent d'identifier les interférences dans les échantillons.

1. Répétez l'analyse sur un échantillon dilué dans de l'eau désionisée. Reportez-vous à la Dilution d'échantillon à la page 16.
2. Corrigez les résultats selon la dilution et comparez-les avec ceux du test d'origine.
3. En cas de différences significatives, effectuez une deuxième dilution et comparez-la à la première.
4. Répétez les dilutions jusqu'à ce que vous obteniez deux fois de suite le même résultat (après correction des volumes).

Pour plus d'informations sur les interférences, reportez-vous à la section Additions d'étalon à la page 28. Le livre des méthodes de référence de l'APHA (une excellente référence pour l'analyse de l'eau) traite également des interférences dans la section d'introduction générale.

1.4.2.1 Interférence du pH

Les réactions chimiques dépendent souvent du pH. Les réactifs incluent des tampons pour ajuster le pH d'un échantillon à la gamme correcte. Cependant, le pouvoir de tampon d'un réactif peut ne pas être suffisant pour certains échantillons. Ceci se produit le plus souvent avec des échantillons fortement tamponnés ou des échantillons ayant un pH extrême. La section relative au prélèvement et au stockage de chaque procédure donne la gamme de pH optimale pour l'analyse.
Avant l'analyse, ajustez l'échantillon au pH correct conformément à ce qui est indiqué dans la procédure ou faites comme suit :

1. Mesurez le pH de l'échantillon analysé avec un pH-mètre.

   Remarque : *utilisez du papier pH pour la mesure du chlorure, du potassium ou de l'argent afin d'éviter toute contamination.*
2. Préparez un blanc de réactif en utilisant de l'eau désionisée comme échantillon. Ajoutez tous les réactifs indiqués dans la procédure. Les séquences de minutage, entre autres, peuvent être ignorées.
3. Mélangez bien.
4. Mesurez le pH du blanc de réactif avec un pH-mètre.
5. Comparez les valeurs de pH de l'échantillon analysé et du blanc de réactif.

6. S'il n'y a que peu de différences entre les valeurs de l'échantillon analysé et du blanc de réactif, l'interférence du pH n'est pas un problème. Effectuez une vérification de l'exactitude relativement à la procédure spécifique pour identifier le problème.
7. En cas de différence significative entre les valeurs de l'échantillon analysé et du blanc de réactif, ajustez le pH de l'échantillon à la valeur du blanc de réactif. Avant l'analyse, ajustez le pH de l'échantillon sur cette même valeur pour tous les échantillons ultérieurs.

   - Utilisez un acide approprié, généralement de l'acide nitrique, pour abaisser le pH.
   - Utilisez une base adaptée, généralement de l'hydroxyde de sodium, pour l'élever.

   Si vous avez ajouté de l'acide ou de la base, ajustez le résultat final afin de prendre en compte toute dilution éventuellement générée. Reportez-vous à la Factorisation de la correction de volume à la page 27.
8. Analysez l'échantillon selon la technique appliquée précédemment.
9. Certains étalons achetés peuvent être très acides et ne pas fonctionner directement dans le cadre des procédures d'analyse. Ajustez le pH de ces étalons tel que décrit précédemment. Ajustez également la concentration finale de l'étalon pour la dilution. Les solutions étalon recommandées dans les procédures sont formulées pour ne pas nécessiter d'ajustement de pH.

1.4.3 Performances de la méthode

1.4.3.1 Limite de détection estimée (LDE)

Les gammes de mesure chimique ont des limites. La limite basse est importante, car elle permet de déterminer si la mesure est différente de zéro. La définition de cette limite de détection ne fait pas l'unanimité parmi les experts et peut être difficile à déterminer. Le code américain des réglementations fédérales (40 CFR, section 136, annexe B) fournit une procédure d'identification de la limite de détection de la méthode. La limite de détection de la méthode donne la concentration la plus basse qui soit différente de zéro avec un degré de confiance de 99 %. Toute mesure en dessous de cette limite est considérée comme particulièrement suspecte.

La limite de détection de la méthode n'est pas fixe. Elle est différente pour chaque lot de réactif, appareil, analyste, type d'échantillon, etc. Par conséquent, une limite de détection de la méthode publiée peut certes être utile, mais est précise uniquement dans des circonstances spécifiques. Chaque analyste doit trouver une limite de détection de la méthode plus précise pour chaque matrice d'échantillon avec le même équipement, les mêmes réactifs et étalons que ceux qui sont utilisés normalement pour les mesures.

Une valeur de sensibilité (changement de concentration équivalent à un changement d'absorbance de 0,010 abs) est fournie en tant qu'estimation de la limite de détection inférieure de chaque test. La valeur de sensibilité peut être utilisée en tant que limite de détection estimée dans le cadre de l'obtention de la limite de détection de la méthode. Cette concentration permet de déterminer la limite de détection de la méthode sur de bonnes bases.
Remarque : *n'utilisez pas la limite de détection estimée en tant que limite de détection de la méthode.*

Les conditions de détermination de la limite de détection de la méthode doivent être rigoureusement identiques aux conditions utilisées pour l'analyse. La limite de détection estimée peut être utile comme point de départ pour l'analyste, lorsque la limite de détection de la méthode doit être trouvée ou en tant que mode de comparaison des méthodes. Les mesures tombant en dessous de la limite de détection estimée peuvent également être précieuses, car elles peuvent dénoter une tendance, indiquer la présence de l'analyte et/ou fournir des données statistiques. Cependant, ces valeurs présentent une marge considérable d'incertitude.

1.4.3.2 Limite de détection d'une méthode (LDM)

Cette méthode est en accord avec la définition de l'USEPA dans la réglementation 40 CFR, section 136, annexe B de l'édition 7-1-94. L'USEPA définit la limite de détection d'une méthode (LDM) comme la concentration minimale qui peut être déterminée avec 99 % de confiance concernant le fait que la concentration réelle est supérieure à zéro. La LDM varie d'un opérateur à l'autre, il est donc important que les utilisateurs déterminent la LDM dans leurs conditions particulières d'utilisation.
La procédure pour déterminer la LDM est fondée sur des analyses répétées à une concentration de 1 à 5 fois la limite de détection estimée. La valeur LDM est calculée à partir de l'écart-type des résultats multiples de l'étude, multiplié par la valeur **t** appropriée pour un intervalle de confiance de 99 %. Dans cette définition, la LDM ne prend pas en compte les variations de composition de l'échantillon et peut être atteinte uniquement dans des conditions idéales.

1. Estimez la limite de détection. Appliquez la valeur de sensibilité indiquée dans la section Performances de la méthode de la procédure d'analyse.
2. Préparez une solution étalon de l'analyte dans une eau désionisée exempte de l'analyte, à une concentration de 1 à 5 fois la limite de détection estimée.
3. Analysez au moins 7 portions de l'étalon et notez chaque résultat.
4. Calculez la moyenne et le ou les écarts-types des résultats.
5. Calculez la LDM en utilisant la valeur **t** appropriée (Tableau 8) et la valeur de l'écart-type :

   LDM = **t** × s

Tableau 8 Portions analysées et valeurs t

Portions analysées	Valeur t
7	3,143
8	2,998
9	2,896
10	2,821

Par exemple :
La LDE pour la mesure du fer est de 0,003 mg/l. Un analyste a préparé avec soin 1 litre d'un étalon à 0,010 mg/l (environ 3 x LDE) en diluant un étalon de fer à 10 mg/l dans de l'eau désionisée exempte de fer.

Huit portions de l'étalon ont été analysées à l'aide de la méthode FerroZine. Les résultats s'affichent dans le Tableau 9.

Tableau 9 Echantillons et résultats

N° d'échantillon	Résultat (mg/l)
1	0,009
2	0,010
3	0,009
4	0,010
5	0,008
6	0,011
7	0,010
8	0,009

Utilisez un programme de calcul. La concentration moyenne = 0,010 mg/l et le ou les écarts-types = 0,0009 mg/l.

Selon la définition de l'USEPA, calculez la LDM comme suit :

LDM de la mesure du fer = 2,998 (**t**) x 0,0009 (s)

LDM = 0,003 mg/l (en accord avec l'estimation initiale)

Remarque : *il peut arriver que la LDM calculée soit très différente de la limite de détection estimée. Pour vérifier si la LDM calculée est plausible, répétez la procédure en utilisant un étalon proche de la LDM calculée. Le résultat moyen calculé pour la seconde LDM doit correspondre à la LDM calculée initialement. Reportez-vous à la réglementation 40 CFR, section 136, annexe B (7-1-94), pages 635-637, pour obtenir les procédures détaillées de vérification de la détermination de la LDM.*

1. Effectuez un essai à blanc (contenant de l'eau désionisée sans analyte), en utilisant la procédure d'analyse pour confirmer que la mesure du blanc est inférieure à la LDM calculée.
2. Si la mesure du blanc est proche de la LDM calculée, répétez la procédure LDM en utilisant un blanc distinct pour analyse de chaque portion de solution étalon analysée.
3. Soustrayez la moyenne de mesure du blanc de chaque étalon et utilisez les valeurs corrigées des étalons pour calculer la moyenne et l'écart-type utilisés pour le calcul de la LDM.

1.4.3.3 Précision

Toute mesure chimique présente un certain degré d'incertitude. La qualité de toute la courbe d'étalonnage détermine la précision.

L'incertitude des mesures chimiques peut être due à des erreurs systématiques et/ou à des erreurs aléatoires. Une erreur systématique est une erreur qui est toujours la même pour chaque mesure réalisée. Par exemple, un blanc peut s'ajouter à chaque mesure pour un composé donné, générant des résultats constamment élevés (décalage positif). Les erreurs aléatoires sont différentes pour chaque analyse et ajoutent un décalage soit positif soit négatif. Les erreurs aléatoires sont le plus souvent dues à des variations de la technique analytique. L'utilisation de réactifs fiables réduit au minimum les erreurs systématiques, mais les variations de réponse sont inévitables dans toutes les mesures chimiques.

1.4.3.4 Estimation de la précision

La section Performances de la méthode de chaque procédure donne une estimation de la précision du test. La plupart des procédures utilisent une estimation d'analyse répétée, reposant sur des résultats réels. Concernant la précision de cette méthode, l'intervalle de confiance de 95 % de la distribution est reporté.

Lors de l'analyse répétée, le chimiste prépare une concentration spécifique de l'analyte dans une matrice d'eau désionisée. Cet étalon est alors analysé à sept reprises sur un seul appareil. La déviation standard est calculée et l'intervalle de confiance de 95 % de la distribution est reporté dans la méthode. La valeur reportée donne une estimation de la « diffusion » des résultats à un point donné de la courbe d'étalonnage.

Les estimations de précision reposent sur une matrice d'eau désionisée. La précision sur des échantillons réels avec des matrices variables peut s'écarter considérablement de ces estimations.

Si la concentration obtenue avec une solution étalon n'est pas conforme aux prévisions ou si les résultats sont douteux, consultez la section Contre-vérification d'une analyse.

1.4.3.5 Sensibilité

La sensibilité d'une méthode est définie par le changement de concentration (ΔConcentration) pour un changement d'absorbance de 0,010 (ΔAbs).

Utilisez la sensibilité pour comparer différentes méthodes. Par exemple, lorsque trois méthodes sont utilisées pour identifier le fer (Tableau 10).

Tableau 10 Concentration et absorbance

Méthode d'analyse du fer	Segment de courbe	ΔAbs	ΔConcentration
FerroVer	Gamme entière	0,010	0,022 mg/l
FerroZine	Gamme entière	0,010	0,009 mg/l
TPTZ	Gamme entière	0,010	0,012 mg/l

La méthode FerroZine présente la sensibilité la plus forte des trois méthodes, car elle mesure le plus petit changement de concentration. La définition technique de la sensibilité repose sur une courbe d'étalonnage avec Abs sur l'axe des x et la concentration sur l'axe des y.

- Si l'étalonnage est une droite, la sensibilité est égale à la pente de la ligne multipliée par 0,010.
- Si l'étalonnage est une courbe, la sensibilité est égale à la pente de la tangente de la courbe multipliée par 0,010 au niveau de la concentration visée.

La valeur de sensibilité sert également d'estimation de la limite basse de l'analyse. Cette valeur peut servir de point de départ pour la recherche de la LDM.

1.4.4 Préparation d'une courbe d'étalonnage

Remarque : *il est recommandé de créer des courbes d'étalonnage lorsque l'analyse est réalisée avec des appareils différents. D'autre part, ces courbes sont imposées par la loi dans certains cas.*

1. Préparez au moins cinq étalons avec une concentration connue et des valeurs couvrant la gamme recherchée.
2. Analysez chaque étalon préparé tel que décrit dans la procédure.
3. Versez ensuite le volume nécessaire de chaque solution connue dans des cuves d'échantillon propres, du type précisé pour l'appareil utilisé.
4. Sélectionnez la longueur d'onde adaptée. Réglez l'appareil (étalonnage à zéro) en utilisant l'échantillon d'eau non traité ou un blanc de réactif comme indiqué dans la méthode d'analyse.
5. Mesurez et notez l'absorbance de chacune des solutions connues en fonction des contraintes de temps spécifiées dans la procédure. Pour plus d'informations sur l'absorbance et la concentration, reportez-vous à la section Etalonnage de concentration en fonction de l'absorbance à la page 36.

1.4.4.1 Etalonnage de concentration en fonction de l'absorbance

1. Pour les mesures d'absorbance, indiquez les résultats sur du papier graphique linéaire.
   a. Reportez les valeurs d'absorbance sur l'axe vertical et les valeurs de concentration sur l'axe horizontal.
   b. Tracez les valeurs d'absorbance croissante du bas vers le haut.
   c. Tracez les valeurs de concentration croissante de gauche à droite.
   Les valeurs d'origine de l'absorbance (0,000) et de concentration (0) doivent figurer dans le coin inférieur gauche du graphique. Il est possible d'extrapoler une table d'étalonnage à partir de la courbe ou de lire directement les valeurs de concentration sur le graphique. Une autre solution consiste à trouver une équation pour la ligne avec la pente et le point d'intersection de l'axe des y.
2. Vous pouvez aussi utiliser le logiciel utilisateur du spectrophotomètre ou un programme de traçage de courbes, tel qu'un tableur, pour calculer la courbe d'étalonnage.

1.4.5 Adaptation des procédures aux autres spectrophotomètres

Les procédures d'analyse peuvent s'effectuer avec plusieurs spectrophotomètres si les courbes d'étalonnage convertissent l'absorbance en concentration. Quel que soit le spectrophotomètre utilisé, préparez l'échantillon et les étalons avec la procédure et appliquez la longueur d'onde optimale utilisée dans la procédure.
Pour étalonner en fonction d'un analyte donné, préparez et mesurez une série d'étalons pour créer la courbe d'étalonnage. Le rapport d'absorbance par rapport à la concentration est représenté graphiquement comme indiqué dans la section Etalonnage de concentration en fonction de l'absorbance à la page 36. Les points du graphique sont reliés par une ligne (courbe ou droite). Si nécessaire, utilisez cette courbe pour créer une table d'étalonnage.

1.4.5.1 Sélection de la meilleure longueur d'onde

Lorsqu'une nouvelle technique est développée ou lorsque des procédures qui sont sensibles à la longueur d'onde sont utilisées, sélectionnez la longueur d'onde pour laquelle l'appareil donne la plus forte absorbance. Reportez-vous à la Figure 11 à la page 38. Dans la mesure où les procédures sont généralement développées afin de bénéficier de la meilleure longueur d'onde pour l'analyse, la sélection de la longueur d'onde n'est pas requise pour la plupart des procédures stockées.

1.4.5.1.1 Sélection de la meilleure longueur d'onde sur un spectrophotomètre

Remarque : *si elle est disponible, la fonctionnalité de balayage est la solution la plus simple de recherche d'une longueur d'onde optimale.*

1. Reportez-vous au manuel de l'utilisateur pour plus de détails sur les réglages de la longueur d'onde.
2. Sélectionnez le réglage de longueur d'onde unique.
3. Entrez une longueur d'onde dans la gamme voulue.
   Remarque : *la couleur de l'échantillon est une bonne indication de la longueur d'onde à choisir.*
   - *Une solution jaune absorbe la lumière dans la gamme de 400 à 500 nm.*
   - *Une solution rouge l'absorbe entre 500 et 600 nm.*
   - *Quant aux solutions bleues, l'absorption de la lumière se fait dans la gamme de 600 à 700 nm.*
4. Préparez le blanc et l'échantillon en vue de l'analyse. Remplissez les cuves concernées avec le blanc et la solution d'échantillon soumis à réaction.
5. Placez le blanc dans le porte-cuve. Etalonnez le zéro de l'appareil.
6. Placez l'échantillon préparé dans le porte-cuve. Mesurez le niveau d'absorbance.
7. Augmentez la longueur d'onde, de sorte qu'elle soit au moins 100 nm au-dessus de la gamme visée. Réglez le zéro de l'appareil comme indiqué à l'étape 5. Mesurez et notez l'absorbance de l'échantillon.
8. Répétez cette opération en réduisant la longueur d'onde de 50 nm. Réglez le zéro de l'appareil, puis mesurez et notez l'absorbance à chaque incrément. Poursuivez ce procédé pour toute la gamme de longueurs d'onde voulue. Notez la longueur d'onde de l'absorbance la plus élevée. Reportez-vous à la Tableau 11.

Tableau 11 Valeurs d'absorbance par incréments de 50 nm

Longueur d'onde	Absorbance
550 nm	0,477
500 nm	0,762
450 nm	0,355
400 nm	0,134

9. Réglez la longueur d'onde à 50 nm au-dessus du point d'absorbance le plus élevé lors de la recherche initiale (étape 8). Réglez le zéro de l'appareil, puis mesurez et notez l'absorbance à chaque incrément.

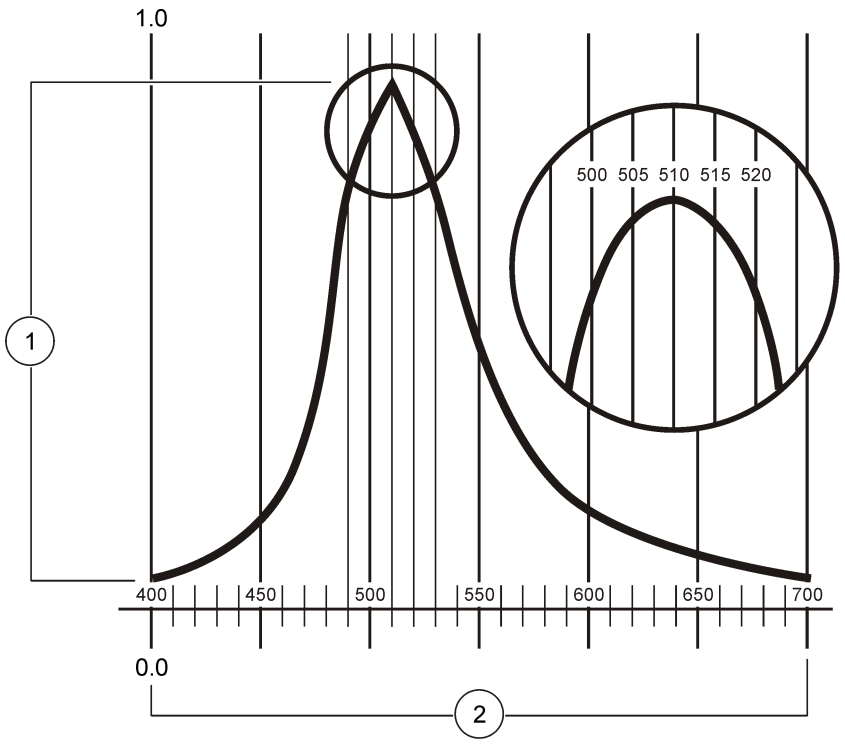
Répétez cette opération en réduisant l'absorbance par paliers de 5 nm. Réglez le zéro de l'appareil, puis mesurez et notez l'absorbance à chaque incrément. Continuez jusqu'à ce que l'ensemble de la gamme visée soit mesurée. Reportez-vous à la Tableau 12.

Tableau 12 Valeurs d'absorbance par incréments de 5 nm

Longueur d'onde	Absorbance
520 nm	0,748
515 nm	0,759
510 nm	0,780
505 nm	0,771
500 nm	0,771
495 nm	0,651
490 nm	0,590

Assurez-vous que l'écart d'absorbance est suffisant entre les échantillons avec des concentrations d'analytes faibles et élevées. Mesurez deux solutions d'échantillon ayant les concentrations d'analytes élevées et faibles attendues à la longueur d'onde optimale. Le changement d'absorbance causé par les augmentations/réductions de concentration dépend de la sensibilité de la procédure et des produits chimiques. Les produits chimiques donnant de faibles changements d'absorbance sont moins sensibles, mais ont tendance à présenter des gammes plus larges. Les produits chimiques présentant d'importants changements d'absorbance sont plus sensibles, mais ont tendance à avoir des gammes moins larges.

Figure 11 Sélection de la meilleure longueur d'onde



1 Absorbance	**2** Longueur d'onde (nm)

1.5 Prétraitement d'échantillon par minéralisation

Plusieurs techniques nécessitent une minéralisation de l'échantillon pour en déterminer les métaux contenus. La minéralisation a recours à des acides et à la chaleur pour décomposer une substance en composants organiques et métalliques, et libérer des ions libres qui peuvent être analysés.

1.5.1 Minéralisations agréées par l'USEPA

Dans le cadre des rapports destinés à l'Agence de protection environnementale des Etats-Unis (USEPA, US Environmental Protection Agency), une minéralisation agréée par l'USEPA est requise. Deux méthodes sont possibles pour l'analyse des métaux : douce et énergique.

1.5.1.1 Minéralisation douce validée par l'USEPA

1. Ajoutez de l'acide nitrique concentré à l'ensemble de l'échantillon lors de sa prise. Ajoutez 5 ml d'acide par litre (ou quart) d'échantillon.
2. Transférez 100 ml d'échantillon bien mélangé dans un bécher ou un flacon.
3. Ajoutez 5 ml d'acide chlorhydrique (HCl) au 1/2 distillé
4. Augmentez la température du liquide avec un bain de vapeur ou une plaque chauffante jusqu'à ce que le volume soit réduit à 15-20 ml. Ne portez pas à ébullition.
5. Utilisez un filtre pour retirer tous les produits non solubles de l'échantillon.
6. Ajustez l'échantillon minéralisé à un pH 4, par addition goutte à goutte d'une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N. Mélangez soigneusement et vérifiez le pH après chaque addition.
7. Versez l'échantillon réduit dans un flacon jaugé de 100 ml.
8. Utilisez une petite quantité d'eau déminéralisée pour rincer le bécher. Versez l'eau de rinçage dans le flacon jaugé.
9. Rincez plusieurs fois pour supprimer tous les restes d'échantillon réduit du bécher.
10. Remplissez le flacon jaugé d'eau déminéralisée jusqu'au repère de 100 ml.
11. Utilisez l'échantillon dilué au cours de la procédure d'analyse. Notez les résultats.
12. Préparez un blanc : répétez les étapes 1 à 11 en remplaçant l'échantillon par de l'eau déminéralisée.
13. Soustrayez les résultats de l'analyse du blanc des résultats de l'analyse de l'échantillon.

1.5.1.2 Minéralisation énergique validée par l'USEPA

Pour certains échantillons, la minéralisation douce n'est pas suffisante. La minéralisation énergique permet de briser toutes les liaisons organométalliques.

1. Utilisez une solution redistillée d'acide nitrique au 1/2, pour acidifier l'ensemble de l'échantillon à un pH inférieur à 2. Ne filtrez pas l'échantillon avant minéralisation.
2. Transférez un volume d'échantillon approprié dans un bécher et ajoutez 3 ml d'acide nitrique redistillé concentré. Reportez-vous à la Tableau 13.
3. Posez le bécher sur une plaque chauffante et laissez évaporer jusqu'à quasi-dessiccation, sans faire bouillir l'échantillon.
4. Refroidissez le bécher et ajoutez de nouveau 3 ml d'acide nitrique redistillé concentré.
5. Couvrez le bécher avec un verre de montre et remettez-le sur la plaque chauffante. Augmentez la température de la plaque chauffante pour obtenir un léger reflux. Ajoutez davantage d'acide, si nécessaire, jusqu'à ce que la minéralisation soit complète (généralement indiquée par la couleur claire du minéralisat ou qui ne change plus de couleur ou d'aspect avec un reflux continu).

6. Evaporez de nouveau jusqu'à quasi-dessiccation (sans faire bouillir) et laissez refroidir le bécher. Si des résidus ou un précipité résulte de l'évaporation, ajoutez de l'acide chlorhydrique au 1/2 redistillé (5 ml pour 100 ml de volume final). Reportez-vous à la Tableau 13.
7. Faites chauffer le bécher. Ajustez le pH de l'échantillon à un pH 4 par ajout goutte à goutte d'une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N. Mélangez soigneusement et vérifiez le pH après chaque addition.
8. Versez l'échantillon réduit dans un flacon jaugé de 100 ml.
9. Utilisez une petite quantité d'eau déminéralisée pour rincer le bécher. Versez l'eau de rinçage dans le flacon jaugé.
10. Rincez plusieurs fois pour supprimer tous les restes d'échantillon réduit du bécher.
11. Remplissez le flacon jaugé d'eau déminéralisée jusqu'au repère de 100 ml.
12. Utilisez l'échantillon dilué au cours de la procédure d'analyse. Notez les résultats.
13. Multipliez le résultat par le facteur de correction du Tableau 13.
14. Préparation d'un blanc : répétez les étapes 1 à 13 en remplaçant l'échantillon par de l'eau déminéralisée.
15. Soustrayez les résultats de l'analyse du blanc des résultats de l'analyse de l'échantillon.

Tableau 13 Volumes pour la minéralisation énergique

Concentration de métal attendue	Volume d'échantillon suggéré pour minéralisation	Volume préconisé de HCl au 1/2	Volume final suggéré après minéralisation	Facteur de correction
1 mg/l	50 ml	10 ml	200 ml	4
10 mg/l	5 ml	10 ml	200 ml	40
100 mg/l	1 ml	25 ml	500 ml	500

1.5.2 Vue d'ensemble de la minéralisation au Digesdahl

De nombreux échantillons peuvent être minéralisés avec le minéralisateur Digesdahl (2313020). Il est conçu pour la minéralisation de nombreux types d'échantillons comprenant huiles, eaux résiduaires, boues, aliments du bétail, grains, bains de galvanoplastie, aliments et sols. Dans cette procédure, l'échantillon est oxydé par le peroxyde d'hydrogène en milieu sulfurique. La minéralisation d'un échantillon sec exige moins de 10 minutes, alors que les échantillons aqueux nécessitent 1 minute/ml environ. La minéralisation se fait dans un flacon jaugé spécial à fond plat de 100 ml. Des aliquotes (portions d'échantillon) sont prélevées pour les analyses par méthodes colorimétriques.

Les procédures de minéralisation avec un minéralisateur Digesdahl varient selon le type et la forme de l'échantillon. Reportez-vous au manuel d'instruction du minéralisateur Digesdahl qui est fourni avec ce dernier.

Le système Digesdahl est un procédé qui produit un minéralisat pour la détermination des métaux, du phosphore total et de l'azote Kjeldahl total (TKN). Il est plus rapide que les méthodes traditionnelles, tout en préservant une exactitude et une précision comparables. Le minéralisat peut être utilisé avec les tests colorimétriques, turbidimétriques ou titrimétriques.

Les procédures à appliquer avec le minéralisateur Digesdahl varient en fonction du type d'échantillon. Les types d'échantillon incluent les produits alimentaires, aliments du bétail, grains, boues d'eaux résiduaires, bains de galvanoplastie, tissus végétaux, engrais, boissons et huiles. La plupart des procédures incluent un procédé de minéralisation en deux étapes, recourant à de l'acide sulfurique concentré et du peroxyde d'hydrogène à 50 %. L'acide sulfurique déshydrate et carbonise l'échantillon. Le peroxyde d'hydrogène est ajouté avec l'entonnoir à écoulement capillaire pour compléter la décomposition. L'analyste fait varier le volume de peroxyde d'hydrogène afin de contrôler le temps de minéralisation (exposition au peroxyde d'hydrogène).

Certains échantillons sont plus difficiles à minéraliser totalement (p. ex., les matériaux résistants ou réfractaires, tels que l'acide nicotinique). Après clarification, plusieurs minutes de minéralisation continue au peroxyde sont nécessaires pour assurer la reprise de l'azote à 100 %. Pour vous assurer que la minéralisation de l'échantillon est complète, tenez compte de variables telles que la taille de l'échantillon, la température de la solution et la contamination de l'échantillon. Reportez-vous au manuel du Digesdahl (2313018) pour obtenir des informations complètes.

1.5.2.1 Questions fréquentes concernant les procédures de minéralisation

Cette section apporte des réponses aux questions les plus courantes sur la minéralisation.

Que faire lorsque la mesure d'un appareil dépasse la gamme de concentrations ?

Les tables de gammes de concentration qui figurent dans les procédures de minéralisation sont données à titre indicatif. Utilisez un volume d'analyse plus réduit et répétez la procédure. Enregistrez le nouveau volume d'analyse et utilisez-le dans le calcul.

Est-il nécessaire de préparer un blanc de réactif à chaque utilisation de réactifs ayant le même numéro de lot ?

Pour prendre une décision, recherchez la mesure du blanc de réactif. Remettez l'appareil à zéro avec de l'eau désionisée ou distillée. Si la mesure de la concentration du blanc de réactif est insignifiante et si les réactifs ont le même numéro de lot, il n'est pas nécessaire de préparer un blanc de réactif à chaque fois. Si le blanc de réactif renvoie une mesure significative, analysez-la quotidiennement ou soustrayez cette mesure de la mesure de l'échantillon. Si le blanc de réactif n'est pas analysé quotidiennement, réglez le zéro de l'appareil avec de l'eau désionisée.

Faut-il utiliser la quantité exacte d'échantillon et le volume d'analyse spécifiés dans chaque procédure ?

La quantité d'échantillon et le volume d'analyse sont donnés à titre indicatifs pour chaque procédure. Utilisez jusqu'à 40 ml pour minéraliser tout échantillon en suspension ou de solution aqueuse. Il faut moins de 0,5 g de matériaux anhydres pour les échantillons solides ou liquides organiques. Dans la pratique, 0,25 g d'échantillon est utilisé.

Comment préciser la quantité initiale d'échantillon (nécessaire à la minéralisation) et le volume d'analyse à utiliser ?

La quantité d'échantillon à minéraliser constitue un aspect critique de la minéralisation. La taille de l'aliquote du minéralisat à utiliser dans le cadre de l'analyse est également très importante. Des tables sont fournies pour chaque méthode, afin de déterminer la quantité d'échantillon initial à minéraliser. Afin d'optimiser les tests à réaliser, nous avons développé les équations suivantes. Avant de les utiliser, consultez les spécifications manuelles correspondant au type d'échantillon.

Pour utiliser les équations, recherchez la concentration approximative (en ppm, mg/l ou mg/kg). Ensuite, recherchez la gamme du test colorimétrique à appliquer (p. ex., 0 à 50 mg/l) et la médiane de la gamme de test. Cette médiane est optimale, mais peut être encore réduite pour prendre en compte les faibles concentrations d'échantillon. Pour trouver la médiane de la gamme de test, soustrayez la limite inférieure de la gamme de la limite supérieure et divisez le résultat par 2.

Après avoir calculé ces valeurs, appliquez l'équation suivante :

$A = (B \times C \times D) \div (E \times F)$

Où :

A = concentration approximative de l'échantillon

B = médiane de la gamme de test colorimétrique

C = volume final du minéralisat

D = volume final d'analyse

E = quantité d'échantillon à minéraliser

F = volume d'analyse du minéralisat

Appliquez un calcul algébrique pour obtenir les équations suivantes :

L'équation 1 a la forme E = (B × C × D) ÷ (A × F)

Et l'équation 2 est F = (B × C × D) ÷ (A × E)

Ces deux équations contiennent deux valeurs inconnues, E et F. Il peut être nécessaire de procéder empiriquement pour obtenir des valeurs optimales.

Utilisez l'équation 1 : si l'analyse porte sur le cuivre, appliquez la méthode CuVer™ avec un échantillon initial contenant environ 150 ppm Cu. La quantité d'échantillon nécessaire pour la minéralisation et le volume d'aliquote à utiliser peuvent être déterminés de la façon suivante :

Identifiez la gamme de test. Dans cet exemple, la gamme de test va normalement de 0 à 5,0 ppm avec une médiane de 2,5. Si vous utilisez le système Digesdahl, le volume final du minéralisat est de 100 ml et la procédure nécessite un volume d'analyse finale de 25 ml.

Par conséquent :

A = 150

B = 2,5

C = 100

D = 25

E = inconnue

F = inconnue

Substituez les valeurs de l'équation (1) :

E = (2,5 × 100 × 25) ÷ (150 × F) ou E = 41,7 ÷ F

Dans la mesure où le réactif CuVer pour cuivre est sensible au pH, un petit volume d'analyse (0,5 ml) est nécessaire, de sorte que l'ajustement du pH n'est plus nécessaire.

Par conséquent, un volume d'analyse de 0,5 ml donnerait :

E = 41,7 ÷ 0,5 = 83,4 ml pour la quantité d'échantillon de minéralisation

Dans la mesure où la quantité maximale de l'échantillon de minéralisation est de 40 ml pour les minéralisations Digesdahl, un volume d'analyse de 0,5 ml n'est pas acceptable pour cette gamme. Et c'est là qu'intervient la méthode empirique. Ensuite, essayez un volume d'analyse de 5,0 ml pour obtenir l'équation suivante :

E = 41,7 ÷ 5,0 = 8 ml de quantité d'échantillon de minéralisation

(Arrondissez le résultat au nombre entier le plus proche pour faciliter la mesure.)

Sur la base de ce calcul, un échantillon de 8,0 ml est minéralisé et un volume d'analyse de 5,0 ml est prélevé. Le pH doit être ajusté avant l'analyse.

Utilisez l'équation 2 : l'équation 2 intervient lorsqu'un minimum d'échantillon est requis ou lorsqu'un échantillon a déjà été minéralisé pour un paramètre (tel que le cuivre) et qu'une mesure pour un autre paramètre (tel que le zinc) est nécessaire. Reprenez cet exemple pour le cuivre, ci-dessus ; un test peut également être réalisé pour le zinc. L'échantillon non minéralisé contient environ 3 ppm de zinc et la méthode au zincon s'applique. Le volume d'analyse peut être déterminé de la façon suivante.

Dans cet exemple, la gamme de test de la méthode au zincon doit aller de 0 à 2,5 ppm, de sorte que la médiane de cette gamme égale 1,25. Par conséquent les valeurs sont :

A = 3

B =1,25

C = 100

D = 50

E = 8 (comme calculé ci-dessus)

remplacez : F = (1,25 × 100 × 50) ÷ (3 × 8) = 260 ml

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Il s'agit d'un exemple extrême, mais il démontre l'importance de comparer D et F pour s'assurer que le volume d'analyse (F) ne dépasse pas le volume d'analyse final (D). Si F dépasse D, l'analyse ne peut pas se faire. Un test avec une gamme plus adaptée est alors nécessaire ou un échantillon plus large peut être minéralisé pour ce test. Vous devez vous assurer que le volume de minéralisat pris pour l'analyse (F) est supérieur à 0,1 ml, car il est difficile de mesurer précisément une quantité inférieure à 0,1 ml avec une pipette.

Par comparaison, pensez à une concentration de zinc de 75 ppm (A = 75 au lieu de 3) et effectuez une autre substitution pour obtenir :

F = (1,25 × 100 × 50) ÷ (75 × 8) = 10,5 ml

Dans ce cas, le volume d'aliquote est inférieur au volume d'analyse final. Par conséquent, l'analyse peut se faire dans les conditions spécifiées par la procédure.

Pourquoi est-ce que le facteur de l'étape de calcul est 75, 2 500 ou 5 000 (selon la méthode utilisée) et comment est obtenu ce facteur ?

Dans tous les cas, le facteur sert à corriger la dilution de l'échantillon. Par exemple, dans certains tests le facteur est de 2 500. Le volume total de la minéralisation au Digesdahl est de 100 ml, le volume total d'analyse est de 25 ml, et 100 x 25 = 2 500. Les unités en ml ne sont pas incluses avec le facteur, car elles annulent la formule.

Lors de l'analyse de boues, comment reporter la concentration totale sur une base sèche ?

Vous devez analyser le contenu pour mesurer la teneur en eau. Pour identifier les appareils nécessaires, reportez-vous au Tableau 14 et au Tableau 15.

Pour déterminer le poids de la matière sèche :

1. Pesez un plat en aluminium et notez son poids sous « A ».
2. Pesez environ 2 g d'échantillon solide dans le plat. Notez le poids exact ajouté sous « B ».
3. Mettez le plat au four (103 à 105 °C, 217 à 221 °F) pendant 2 heures.
4. Ajoutez un dessiccateur et laissez refroidir jusqu'à la température ambiante.
5. Pesez le plat en aluminium avec l'échantillon séché au four. Notez le résultat sous « C ».
   Remarque : *la matière séchée au four n'est généralement pas utile pour les tests suivants et peut être mise au rebut.*
6. Appliquez la formule suivante pour calculer l'échantillon sur une « base sèche ».
   Résultat du test (base sèche) = (C – A) ÷ (B – A).
   Remarque : *multipliez le résultat du test « tel quel », par le facteur ci-dessus, pour le reporter en tant que « base sèche ».*

Tableau 14 Appareil nécessaire pour la pesée en base sèche

Description	Unité	Réf.
Balance, analytique, 120 g	454 g	2936801
Déshydratant, Drierite (sans témoin)	1	2285901
Dessiccateur, vide (avec plaque en céramique)	Lot de 100	2088800
Plat, détermination d'humidité, aluminium, 63 x 17,5 mm	1	2164000
Pinces, creuset	1	56900
Four de laboratoire, 120 V c.a.	1	1428900
ou		
Four de laboratoire, 240 V c.a.	1	1428902

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 15 Accessoires optionnels

Description	Unité	Réf.
Dessiccateur, sans robinet d'arrêt	1	1428500

1.5.2.2 Réglage du pH

1.5.2.2.1 Pour une procédure relative aux métaux

Remarque : *si des parties aliquotes inférieures à 0,5 ml sont analysées, l'ajustement du pH n'est pas nécessaire.*

1. Recherchez le volume nécessaire d'échantillon à analyser dans les tables d'échantillon et d'analyse du volume après chaque procédure de minéralisation. Utilisez une pipette pour ajouter cette quantité dans une éprouvette de mélange graduée.
   Remarque : *certaines méthodes nécessitent une pipette pour ajouter la quantité nécessaire dans un flacon jaugé ou une éprouvette graduée ordinaire.*
2. Diluez à environ 20 ml avec de l'eau désionisée.
3. Ajoutez une goutte de solution témoin de 2,4-dinitrophénol.
4. Ajoutez une goutte de solution étalon d'hydroxyde de potassium (KOH) 8 N (28232H). Faites tourner après chaque ajout jusqu'à ce que la première trace de jaune devienne visible (pH 3). Si vous recherchez la présence de potassium dans l'échantillon, utilisez de l'hydroxyde de sodium 5 N (245026) à la place. N'utilisez pas d'appareil de mesure de pH si vous recherchez la présence de potassium ou d'argent dans l'échantillon.
5. Ajoutez une goutte de KOH 1 N (2314426). Bouchez l'éprouvette et retournez-la plusieurs fois pour bien mélanger son contenu. Si vous recherchez la présence de potassium dans l'échantillon, utilisez de l'hydroxyde de sodium 1 N à la place.
   Remarque : *utilisez du papier pH pour vous assurer que le pH de l'échantillon est égal à 3. S'il est supérieur à 4, ne faites aucun ajustement à l'acide. Recommencez avec une nouvelle partie aliquote.*
6. Continuez à ajouter du KOH 1 N de cette manière, jusqu'à ce que la première coloration jaune permanente apparaisse (pH 3,5 à 4,0).
7. Observez l'éprouvette par le haut et sur un fond blanc. Comparez l'éprouvette à une autre remplie avec le même volume d'eau désionisée.
   Remarque : *un contenu élevé en fer provoque un précipité (nuage brun) qui entraîne la précipitation d'autres métaux. Recommencez cette procédure avec un volume moindre d'aliquote.*
8. Ajoutez de l'eau désionisée au volume spécifié dans la procédure colorimétrique en fonction du paramètre à analyser.
9. Poursuivez la procédure colorimétrique.

1.5.2.2.2 Pour la méthode colorimétrique d'azote Kjeldahl total

Consultez la procédure avec spectrophotomètre ou colorimètre pour procéder à l'analyse TKN. La procédure qui suit sert uniquement de guide si une procédure n'est pas disponible.

1. Utilisez une pipette pour ajouter un volume d'analyse adéquat dans une éprouvette de mélange graduée.
2. Ajoutez une goutte de témoin de TKN (2251900).
3. Ajoutez une goutte de solution étalon KOH 8 N (28232H), faites tourner après chaque ajout jusqu'à ce que la première trace de bleu pâle devienne visible (pH 3).
4. Ajoutez une goutte de KOH 1 N (2314426). Bouchez l'éprouvette et retournez-la plusieurs fois pour bien mélanger son contenu.
   Remarque : *Observez l'éprouvette par le haut et sur un fond blanc. Comparez l'éprouvette à une autre remplie avec le même volume d'eau désionisée.*
5. Continuez à ajouter du KOH 1 N de cette manière, jusqu'à ce que la première coloration bleue permanente apparaisse.

6. Ajoutez de l'eau désionisée au volume spécifié dans la procédure colorimétrique en fonction du paramètre à analyser.
7. Poursuivez la procédure colorimétrique.

1.6 Analyse des bactéries

La quantité et le type de bactéries dans les échantillons d'eau sont mesurés de façon régulière afin de déterminer si l'eau contient des organismes pathogènes. Tous les tests bactériens reposent sur un bouillon de culture ou de la gélose et une incubation à une température spécifique afin de cultiver l'organisme cible. Utilisez un équipement stérile et prenez toutes les précautions nécessaires lors des manipulations afin de ne pas contaminer l'échantillon.

1.6.1 A propos des organismes témoins

Les pathogènes bactériens à l'origine de maladies graves sont difficiles à détecter dans les systèmes de distribution d'eau et impliquent des procédures d'analyse longues et complexes. C'est pourquoi les tests de détection des organismes témoins d'origine fécale, tels que les bactéries coliformes, sont généralement utilisés. Les organismes témoins ne sont pas nécessairement pathogènes, mais sont toujours présents, que les pathogènes le soient ou non.

Les bactéries coliformes servent généralement d'organismes témoins pour mesurer la qualité des systèmes de distribution d'eau potable dans les pays tempérés. Les bactéries coliformes fécales, et plus spécialement Escherichia coli, sont généralement utilisées en tant qu'organismes témoins pour l'eau non potable, les eaux résiduaires, les eaux de bains publics et piscines.

Dans les pays tropicaux, les bactéries indigènes d'*Escherichia coli (E. coli)* donnent des résultats positifs lors des tests de décompte de coliformes, y compris dans les systèmes de distribution propres sans risques de contamination fécale. Par conséquent, d'autres bactéries associées à la contamination fécale, telles que les bactéries produisant du sulfure d'hydrogène, sont utilisées en tant qu'organismes témoins.

1.6.2 Méthodes d'analyse des bactéries

Les méthodes d'analyse des bactéries permettent de déterminer la présence ou l'absence d'un organisme témoin dans un échantillon d'eau. Certaines méthodes comptent ou estiment le nombre d'organismes dans l'eau. Reportez-vous à la Tableau 16.

Tableau 16 Méthodes d'analyse des bactéries

Nom de la méthode	Description de la méthode
Présence/Absence (P/A)	L'échantillon est mélangé avec un bouillon nourricier incubé contenant un témoin de couleur. Un changement de couleur indique que la bactérie recherchée est probablement présente dans l'échantillon.
Nombre le plus probable (NPP)	L'échantillon est dilué et ajouté dans une série de tubes contenant un bouillon nourricier. Après incubation, toute présence de gaz est recherchée dans les tubes.
Filtration sur membrane (FM)	L'échantillon est filtré et le filtre est appliqué à un milieu nourricier dans une boîte de Petri. Après incubation, toute présence de colonies bactériennes est recherchée sur le filtre.
Gélose de dénombrement sur plaque	L'échantillon est mélangé avec un support nourricier en gélose dans une grande boîte de Petri et mis à incuber. Après incubation, toute présence de colonies bactériennes est recherchée sur la gélose. Cette méthode est généralement utilisée pour les bactéries totales ou hétérotrophiques.

1.6.3 Procédures présomptives et de confirmation

La plupart des méthodes d'analyse bactérienne commencent par une procédure d'analyse présomptive. Si les résultats de l'analyse présomptive sont positifs, vous devez

appliquer une procédure de confirmation. Certains supports sont sélectifs pour l'organisme cible et l'analyse de confirmation n'est pas requise. Par exemple, le bouillon m-ColiBlue24® et le bouillon MUG est sélectif pour *E. coli*.

- Analyse présomptive : un résultat positif signale l'organisme cible mais peut inclure un faux positif.
- Analyse de confirmation : la bactérie cultivée à partir de l'analyse présomptive sert à inoculer le milieu de confirmation. Le milieu de confirmation est plus sélectif pour l'organisme cible et peut nécessiter une température d'incubation supérieure.

1.6.4 Préparation des analyses de bactéries

Il est important de mettre en place des techniques de laboratoire rigoureuses lors de l'analyse des bactéries. Il est essentiel de collecter et conserver les échantillons avec soin pour obtenir des résultats fiables. Utilisez un équipement de laboratoire de haute qualité et des milieux prêts à l'emploi pour gagner du temps et éviter les erreurs.

1.6.4.1 Préparation de l'espace de travail

- Lavez-vous soigneusement les mains à l'eau et au savon.
- Désinfectez le plan de travail avec une serviette germicide, une solution de javel diluée, un spray bactéricide ou une solution d'iode diluée. Vous pouvez utiliser un petit chalumeau au propane pour stériliser à la flamme les robinets servant à la prise des échantillons.
- Réglez l'incubateur à la température spécifiée dans la procédure d'analyse. De manière générale, basez-vous sur 35 ± 0,5 °C (95 ± 0,9 °F) pour les coliformes totaux et les entérocoques, et 44,5 ± 0,2 °C (112,1 ± 0,4 °F) pour les coliformes fécaux.

1.6.4.2 Stérilisation de l'équipement de laboratoire

Tous les éléments utilisés pour contenir ou transférer des échantillons doivent être stériles afin d'éviter les contaminations et les résultats erronés. Utilisez un équipement de laboratoire et des milieux préstérilisés et jetables pour gagner du temps et réduire les erreurs au strict minimum. Lorsque plusieurs analyses doivent être exécutées de façon quotidienne, il est recommandé de stériliser le matériel non jetable dans un autoclave.

1. Lavez les conteneurs d'échantillons et tout l'équipement nécessaire à l'eau chaude et avec un détergent. Certaines procédures ont recours à des équipements, tels que des pipettes, des boîtes de Petri, un porte-filtre avec bouchon et une éprouvette graduée.
2. Rincez les récipients et l'équipement plusieurs fois à l'eau du robinet, puis avec de l'eau désionisée.
3. Si l'eau dans laquelle vous devez prendre des échantillons a été désinfectée par une autre entité avant la prise, ajoutez un sachet de poudre de réactif de déchloration par tranche de 125 ml du volume du récipient (pour les récipients d'échantillons de 250 ml, utilisez deux sachets).
4. Préparez tout l'équipement pour l'autoclave de la façon suivante :
   a. Bouchez les flacons d'échantillons sans serrer et entourez les bouchons et le col des flacons avec du papier ou du papier aluminium.
   b. Couvrez les ouvertures des éprouvettes graduées avec du papier ou du papier aluminium.
   c. Insérez la base de l'entonnoir du filtre dans un bouchon en caoutchouc autoclavable d'une taille adaptée au flacon à filtre.
   d. Enveloppez les deux parties de l'entonnoir du système de filtrage dans du papier d'emballage épais et fermez avec un ruban adhésif.
   e. Enveloppez les boîtes de Petri (verre borosilicate) dans du papier ou placez-les dans des récipients en aluminium ou acier inoxydable.

5. Placez les récipients et l'équipement dans l'autoclave. Stérilisez à la vapeur les conteneurs et l'équipement à 121 °C (250 °F) pendant 15 minutes. Les récipients en verre peuvent être stérilisés à l'air chaud à 170 °C (338° F) pendant 1 heure.
6. Une fois la stérilisation terminée, mettez des gants stériles et serrez les bouchons des récipients et de l'équipement. Rangez la verrerie dans un environnement propre.

1.6.5 Prise et préservation d'échantillons

Prenez un volume suffisant d'échantillon pour l'analyse (généralement un minimum de 100 ml d'échantillon). Les directives de l'OMS (Organisation Mondiale de la Santé) prévoient 200 ml par échantillon. Les « Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater » (méthodes de référence pour l'étude de l'eau et des eaux résiduaires) préconisent 100 ml par échantillon. Prenez les mesures nécessaires pour ne pas contaminer les échantillons.

La déchloration n'est pas nécessaire lorsque l'échantillon est ajouté directement dans le milieu de croissance sur site. Dans tous les autres cas, ajoutez un réactif de déchloration dans les échantillons afin d'éliminer les résidus de chlore. Le thiosulfate de sodium qui a été stérilisé dans le récipient de prise sert à supprimer le résidu de chlore. Transportez cet échantillon pour analyse dès sa prise.

Analysez les échantillons dès que possible après leur prise. Si l'analyse ne peut pas se faire immédiatement, conservez l'échantillon à une température inférieure ou égale à 10 °C (50 °F), mais ne le congelez pas. L'écart maximum entre la prise de l'échantillon et son incubation est de 8 heures. Si ces conditions ne sont pas réunies, les résultats doivent être considérés comme imprécis. Consultez les autorités locales pour prendre connaissance des temps de rétention et des températures les plus à jour.

Utilisez des sacs ou des flacons jetables en plastique stérilisé

Utilisez des sacs ou des flacons Whirl-Pak® préstérilisés pour la prise d'échantillons. Si l'échantillon a été désinfecté, utilisez des sacs ou des flacons contenant un agent de déchloration. Les sacs ou les flacons qui contiennent un réactif de déchloration peuvent être utilisés pour tous les échantillons, car le réactif de déchloration n'interfère pas avec les échantillons non traités. Les flacons en verre ou plastique autoclavables peuvent également être utilisés.

Notez le numéro d'échantillon, la dilution, la date et toutes autres informations nécessaires sur chaque récipient d'échantillon. Appliquez une technique d'aseptisation afin de prévenir la contamination de l'intérieur du récipient d'échantillon.

Robinets, détendeurs, bornes ou pompes

1. Laissez l'eau couler à un débit modéré pendant 2 à 3 minutes (eau potable).
2. Réglez le débit avant de prendre l'échantillon afin d'éviter les risques de débordement et d'éclaboussures. Ne réglez pas le débit pendant la prise de l'échantillon. N'utilisez pas de vannes, détendeurs ou robinets tournant ou présentant des fuites. Enlevez les aérateurs et les écrans.
3. Prélevez un minimum de 100 ml d'échantillon dans un récipient stérilisé. Ne remplissez pas entièrement les récipients à échantillon. Conservez un minimum de 2,5 cm (1 pouce) d'air pour faciliter le mélange de l'échantillon avant l'analyse.
   Remarque : *ouvrez les récipients destinés aux échantillons immédiatement avant leur prise et fermez-les aussitôt après. Ne posez pas le couvercle ou le bouchon. Ne touchez pas le bec ou la surface intérieure du récipient. Ne rincez pas les récipients avant leur utilisation.*
4. Notez les informations relatives à l'échantillon sur le récipient et commencez l'analyse dès que possible.

Rivières, lacs et réservoirs

1. Ne prélevez pas d'échantillons près de la rive de la rivière, du lac ou du réservoir.
2. Si possible, enlevez le bouchon sous la surface. Sinon, débouchez le récipient et tenez-le par le fond, puis plongez-le ouverture vers le bas afin de ne pas prendre de mousse de surface.

3. Remplissez entièrement le récipient sous la surface. Placez l'ouverture du récipient face au courant ou, pour l'eau calme, inclinez légèrement le récipient et laissez-le se remplir doucement. Ne rincez pas le récipient avant son utilisation.
4. Notez les informations relatives à l'échantillon sur le récipient et commencez l'analyse dès que possible.

1.6.6 Dilution des échantillons non potables

Les échantillons d'eau non potable doivent être dilués à un niveau permettant de mesurer les bactéries.

1. Lavez-vous les mains.
2. Ouvrez un flacon de 99 ml d'eau de dilution tamponnée stérile.
3. Agitez le récipient de l'échantillon d'un geste fluide, de la taille à l'oreille, environ 25 fois pendant 30 secondes.
4. Utilisez une pipette stérile pour ajouter 11 ml d'échantillon dans le flacon d'eau de dilution.
5. Bouchez le flacon d'eau de dilution, retournez-le et répétez le geste de la taille à l'oreille, environ 25 fois pendant 30 secondes. Vous obtenez ainsi une dilution au dixième ou 10x (l'échantillon est dilué par un facteur de 10).
6. Ajoutez 11 ml de la dilution 10x dans un autre flacon de dilution et mélangez bien (dilution 100x).
7. Ajoutez 11 ml de la dilution 100x dans un troisième flacon et mélangez bien (dilution 1 000x).
8. Poursuivez ce processus de dilution jusqu'au niveau spécifié dans la procédure d'analyse.

1.6.7 Mise au rebut des cultures de bactéries

Appliquez l'une des méthodes suivantes pour mettre au rebut les cultures de bactéries en toute sécurité après avoir exécuté des analyses.

- **Javel** : stérilisez les conteneurs de test utilisés avec de l'eau de Javel ordinaire. Ajoutez 1 à 2 ml de Javel dans chaque tube à essai. Ménagez un temps de contact avec la Javel de 10 à 15 minutes. Versez le liquide dans l'évier.
- **Autoclave** : placez les tubes à essai utilisés dans un sac pour articles contaminés ou présentant un danger biologique afin d'éviter toute fuite dans l'autoclave. Autoclavez les tubes à essai utilisés dans le sac non fermé à 121 °C (250 °F) pendant 30 minutes et à une pression de 1 bar. Après refroidissement, fermez le sac, placez-le dans un autre sac poubelle et fermez-le soigneusement avec un lien.

1.7 Gestion des déchets et sécurité

Vous trouverez dans cette section des recommandations pour la gestion des déchets de laboratoire. Il ne s'agit ici que d'un résumé des préconisations de base de l'USEPA qui ne dégage pas l'utilisateur de ses obligations de conformité aux réglementations CFR (Code of Federal Regulations, code américain des réglementations fédérales). La réglementation en vigueur peut être différente sur votre site. Les producteurs de déchets doivent s'informer des lois et règlements en vigueur qui s'appliquent à leurs activités et s'assurer qu'ils sont en conformité.

1.7.1 Réduction optimale des déchets

La meilleure solution pour réduire les problèmes de gestion des déchets et les coûts afférents consiste à réduire leur production au strict minimum à la source. Pour ce faire :

- Utilisez le plus petit échantillon permettant d'obtenir des résultats exacts.
- Si possible, utilisez des méthodes impliquant des réactifs présentant moins de dangers.

- Achetez en petites quantités afin de ne pas avoir à mettre au rebut des produits périmés.
- Utilisez des détergents biodégradables pour nettoyer le matériel en verre et les appareils, sauf s'il est fait mention de solvants ou d'acides spécifiques.

1.7.2 Cadre réglementaire

La loi RCRA (Resource Conservation and Recovery Act, loi sur la récupération et la conservation des ressources) régit l'ensemble des procédures de mise au rebut des déchets et plus particulièrement des déchets dangereux. L'intitulé 40 du CFR (Code of Federal Regulations, code américain des réglementations fédérales), section 260, regroupe les lois fédérales de mise au rebut des déchets dangereux conformes à la RCRA. La législation prévoit un système permettant d'identifier les déchets dangereux et de suivre les opérations génératrices de déchets, le transport de ces déchets et leur mise au rebut, du début à la fin. Toute installation impliquée dans la gestion de déchets dangereux doit être enregistrée auprès de l'USEPA, à l'exception des producteurs de petites quantités de déchets qui en sont exempts sous certaines conditions.

Les règlements fédéraux identifient trois catégories de producteurs de déchets et imposent un contrôle proportionnel au volume généré. Ces catégories sont indiquées ci-dessous :

- Producteurs de petites quantités de déchets exempts sous conditions : moins de 100 kg (220 livres) par mois
- Producteurs de petites quantités de déchets : entre 100 kg (220 livres) et 1 000 kg (2 200 livres) par mois
- Producteurs de grosses quantités de déchets : plus de 1 000 kg (2 200 livres) par mois

1.7.3 Déchets dangereux

1.7.3.1 Définition

Dans le cadre réglementaire, un déchet dangereux est une substance mentionnée par l'Agence de protection environnementale des Etats-Unis (USEPA, US Environmental Protection Agency) dans la réglementation 40 CFR 261. Les autorités régionales ou locales peuvent également avoir des règlements spécifiques concernant les déchets dangereux tombant sous leur juridiction.

De nombreux composants toxiques ne sont pas réglementés. Toutefois, la gestion ou la mise au rebut inappropriée de ces produits peut entraîner des poursuites dans le cadre de la CERCLA (Superfund) ou au civil.

La définition donnée par la réglementation 40 CFR 261 définit un déchet dangereux en tant que déchet solide qui n'est pas exclu des réglementations et répond à au moins l'un des critères suivants :

- Il s'agit d'un produit chimique commercial mis au rebut, d'une forme hors spécifications, d'un résidu de récipient ou d'un résidu de contamination par des matériaux figurant expressément dans la réglementation 40 CFR 261.33 (codes P et U)
- Il s'agit d'un déchet provenant d'une source spécifique figurant dans la réglementation 40 CFR 261.32 (code K)
- Il s'agit d'un déchet provenant d'une source non spécifique figurant dans la réglementation 40 CFR 261.31 (code F), et/ou
- Il présente au moins l'une des caractéristiques suivantes des déchets dangereux :
    - Inflammabilité
    - Corrosivité
    - Réactivité
    - Toxicité

Ces règlements prévoient des exceptions. Veuillez consulter les règlements applicables pour identifier les exclusions vous concernant.

1.7.3.2 Codes d'échantillon

Les déchets dangereux sont gérés en fonction de codes spécifiques, provenant de la réglementation 40 CFR 261.20–261.33. Ces codes ont pour objet d'identifier les déchets dangereux. Le producteur de déchets est responsable de la détermination de ces codes.

Les codes caractéristiques de déchets pour les produits chimiques qui sont générés par les méthodes d'analyse de l'eau figurent dans le Tableau 17. La liste complète des codes de déchets figure dans les réglementations 40 CFR 261.20 à 40 CFR 261.33.

Tableau 17 Codes de déchets dangereux

Caractéristique	Code USEPA	Numéro CAS (Chemical Abstract Services)	Niveau réglementaire (mg/l)
Corrosivité	D002	—	—
Inflammabilité	D001	—	—
Réactivité	D003	—	—
Arsenic	D004	6440-38-2	5,0
Baryum	D005	6440-39-3	100,0
Benzène	D018	71-43-2	0,5
Cadmium	D006	7440-43-9	1,0
Chloroforme	D022	67-66-3	6,0
Chrome	D007	7440-47-3	5,0
Plomb	D008	7439-92-1	5,0
Mercure	D009	7439-97-6	0,2
Sélénium	D010	7782-49-2	1,0
Argent	D011	7440-22-4	5,0

1.7.3.3 Procédure d'identification des substances dangereuses

Les lois fédérales américaines n'imposent pas de tests de détermination de la dangerosité des déchets. Si la substance n'apparaît pas de façon explicite dans les règlements, appliquez vos connaissances de ce produit ou de son générateur pour déterminer s'il est dangereux. Souvent, la fiche de données de sécurité (SDS) fournit suffisamment d'informations suffisantes pour prendre une décision. Déterminez en premier lieu les caractéristiques propres aux déchets dangereux :

- Le point d'éclair est en dessous de 60 °C (140 °F) ou est classé par le département américain des transports en tant qu'oxydant (D001).
- Le pH de la substance est inférieur ou égal au pH 2, ou supérieur ou égal à 12,5 (D002).
- La substance est instable, réagit violemment à l'eau, peut produire des gaz toxiques lorsqu'elle est mélangée à l'eau (D003).
- Elle est toxique (D004 à D043).

Basez-vous sur la composition chimique pour déterminer si la substance est toxique en fonction de la concentration de certains contaminants (métaux lourds et différents composants organiques). Si les déchets sont liquides, comparez la concentration des contaminants aux concentrations stipulées par la réglementation américaine 40 CFR 26. Si les déchets sont solides, analysez l'échantillon en vous basant sur la procédure de lixiviation pour déterminer les caractéristiques de la toxicité (TCLP, Toxicity Characteristic Leachability Procedure) et comparez les résultats aux concentrations indiquées par la

réglementation 40 CFR 261.24. Les niveaux dépassant le seuil doivent être traités comme dangereux.

Pour plus d'informations sur l'utilisation des fiches SDS, reportez-vous à la section Fiches de données de sécurité à la page 54.

Certains tests utilisent ou génèrent différents produits chimiques qui peuvent donner des déchets dangereux (p. ex., les tests de DCO et les réactifs Nessler). Les substances présentes dans les échantillons peuvent également être sources de déchets dangereux.

1.7.3.4 Mise au rebut

Les déchets dangereux doivent être gérés et mis au rebut conformément aux règlements nationaux, régionaux et locaux. Le producteur de déchets est responsable du tri des déchets dangereux. Les analystes doivent consulter le service responsable de la conformité avec les normes environnementales applicables pour obtenir des instructions spécifiques.
La plupart des déchets dangereux doivent être évacués au moyen d'installations de traitement, stockage et mise au rebut disposant de permis de l'Agence de protection environnementale des Etats-Unis (USEPA, US Environmental Protection Agency). Dans certains cas, le producteur de déchets peut traiter les déchets dangereux, mais peut nécessiter pour cela un permis de l'USEPA et/ou d'une agence régionale. Les laboratoires ne sont pas exemptés de ces règlements. Si l'installation a droit à des « exemptions au titre de producteur de petites quantités de déchets », des règles spéciales peuvent s'appliquer. Consultez la réglementation 40 CFR 261 pour déterminer les lois et règles qui s'appliquent à un générateur donné.

Le traitement le plus communément acceptable est la neutralisation élémentaire. Ceci s'applique aux déchets qui sont dangereux du fait de leur corrosivité ou qui figurent dans la liste uniquement pour cette raison. La majeure partie des déchets produits peuvent être traités de la façon suivante :

1. Pour neutraliser les solutions acides, ajoutez une base telle que l'hydroxyde de sodium. Pour neutraliser les solutions basique, ajoutez un acide, tel que l'acide chlorhydrique.
2. Ajoutez doucement l'agent de neutralisation pendant l'agitation de la solution.
3. Surveillez le pH.
4. Lorsque le pH est proche de 7 ou atteint cette valeur, la substance est neutralisée et peut être mise à l'évier.

Pour les autres traitements chimiques ou physiques, tels que la destruction ou l'évaporation du cyanure, un permis peut être nécessaire. Consultez le service environnemental ou les autorités locales pour déterminer les règles qui s'appliquent à votre installation.

Les produits chimiques des laboratoires peuvent être mélangés et mis au rebut avec les autres déchets dangereux produits dans l'entreprise. Ils peuvent également être collectés conformément aux règles d'accumulation annexe de la réglementation 40 CFR 262.34. Les déchets ainsi pris peuvent être mis au rebut dans un contenant LabPack. De nombreuses entreprises spécialisées dans les déchets dangereux et posant des risques pour l'environnement proposent des services de mise en contenant LabPack. Elles assurent l'inventaire, le tri, l'emballage et la mise au rebut adaptée des déchets dangereux. Vous trouverez ces entreprises dans l'annuaire téléphonique dans la section « Déchets dangereux » ou vous pouvez contacter les autorités régionales ou locales pour plus de précisions.

1.7.4 Gestion des déchets spécifiques

Hach Company met à votre disposition des programmes de recyclage pour certaines formes de déchets de laboratoire. Pour plus d'informations sur les services de recyclage, appelez le +1 800 227 4224 ou consultez le site www.hach.com.

Plusieurs documents sont également disponibles pour vous guider dans la gestion des déchets. Pour obtenir ces documents, appelez le +1 800 227 4224 ou le 970 669 3050 et demandez les codes de documentation du Tableau 18.

Tableau 18 Guides de gestion des déchets

Code de documentation	Titre
9323	Mercury Waste Disposal Firms
9324	RCRA Waste Disposal Information
9325	COD Waste Disposal Information
9326	COD Heavy Metal Concentrations

1.7.4.1 Considérations spéciales pour les substances contenant du cyanure

Plusieurs procédures dans ce manuel utilisent des réactifs contenant des composés de cyanure. Ces produits sont classés comme déchets réactifs (D003) par la réglementation américaine (RCRA). Les instructions fournies dans chaque procédure indiquent comment prélever ces produits et les mettre au rebut. Il est essentiel de déplacer ces substances de façon sécurisée afin d'éviter les émissions de cyanure d'hydrogène (un gaz très toxique a l'odeur d'amandes amères). La plupart des composés du cyanure sont stables et peuvent être conservés sans danger en attendant leur mise au rebut, dans des solutions très alcalines (pH > 11) telles que l'hydroxyde de sodium 2 N. Ne mélangez en aucun cas ces déchets avec d'autres déchets de laboratoire pouvant contenir des substances de pH inférieur, telles que les acides ou l'eau.
Si vous renversez un composé contenant du cyanure, évitez toute exposition au gaz de cyanure d'hydrogène. Procédez de la façon suivante pour détruire les composés du cyanure en cas d'urgence :

1. Utilisez une hotte aspirante, une ventilation ou un appareil respiratoire étanche.
2. Faites tourner la solution pendant l'ajout des déchets dans un bécher contenant une solution d'hydroxyde de sodium et d'hypochlorite de calcium ou d'hypochlorite de sodium (eau de Javel ordinaire).
3. Ajoutez de l'hydroxyde et de l'hypochlorite. Laissez la solution reposer pendant 24 heures.
4. Neutralisez la solution et videz-la dans l'évier avec une grande quantité d'eau. Si la solution contient d'autres substances faisant l'objet d'une réglementation spécifique, telles que le chloroforme ou les métaux lourds, il peut être nécessaire de la traiter comme un déchet dangereux. Ne jetez pas les déchets dangereux non traités dans l'évier.

1.7.5 Ressources

De nombreuses sources d'informations sur les bonnes pratiques de gestion des déchets existent. L'USEPA a mis en place une ligne d'assistance téléphonique concernant la loi RCRA (Resource Conservation and Recovery Act, loi sur la récupération et la conservation des ressources). Le numéro de cette ligne est le +1 800 424 9346. Des copies des règlements applicables sont disponibles. Les règlements fédéraux de gestion des déchets dangereux sont réunis sous la référence 40 CFR 260-99. Ce manuel est disponible auprès de l'Imprimerie nationale des Etats-Unis ou dans le commerce. Autres documents pouvant être utiles au responsable de la gestion des déchets dangereux de votre laboratoire :

- Task Force on Laboratory Waste Management. Laboratory Waste Management, A Guidebook ; American Chemical Society, Department of Government Relations and Science Policy : Washington, DC 1994.
- Task Force on Laboratory Waste Management. Waste Management Manual for Laboratory Personnel ; American Chemical Society, Department of Government Relations and Science Policy : Washington, DC 1990.

- Task Force on Laboratory Waste Management. Less is Better ; 2e éd. ; American Chemical Society, Department of Government Relations and Science Policy : Washington, DC 1993.
- Committee on Chemical Safety. Safety in Academic Chemistry Laboratories, 5e éd. ; American Chemical Society : Washington, DC, 1990.
- Armour, Margaret-Ann. Hazardous Laboratory Chemicals Disposal Guide ; CRC Press : Boca Raton, FL, 1991.
- Environmental Health and Safety Manager’s Handbook ; Government Institutes, Inc. : Rockville, MD, 1988.
- Lunn, G. ; Sansone, E.B. Destruction of Hazardous Chemicals in the Laboratory ; John Wiley and Sons : New York, 1990.
- National Research Council. Prudent Practices for Disposal of Chemicals from Laboratories ; National Academy Press : Washington, DC, 1983.
- National Research Council. Prudent Practices for Handling Hazardous Chemicals in Laboratories ; National Academy Press : Washington, DC, 1981.
- Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste and Emergency Response. The RCRA Orientation Manual ; U.S. Government Printing Office : Washington, DC, 1991.
- Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste and Emergency Response. Understanding the Small Quantity Generator Hazardous Waste Rules : A Handbook for Small Business ; U.S. Government Printing Office : Washington, DC, 1986.

1.7.6 Sécurité

La sécurité est la responsabilité de tous les analystes. De nombreuses procédures chimiques reposent sur des produits et un équipement potentiellement dangereux. Il est essentiel d'appliquer des techniques de laboratoire éprouvées et de prévenir les risques d'accident. Les directives suivantes concernent l'analyse de l'eau et n'ont pas pour objet de couvrir tous les aspects de la sécurité.

1.7.6.1 Lecture attentive des étiquettes

Lisez attentivement les étiquettes de tous les réactifs. Appliquez les mesures de précaution données. Ne retirez ni ne couvrez l'étiquette de tout récipient contenant un réactif. Si un autre réactif est placé dans un récipient étiqueté, l'étiquette doit être changée en conséquence. Etiquetez clairement le récipient servant à préparer un réactif ou une solution étalon. Si une étiquette est difficile à lire, remplacez-la immédiatement en appliquant les règles de communication des dangers.
Certains accessoires utilisés pendant les procédures d'analyse nécessitent également un étiquetage d'avertissement. Les écrans de protection du minéralisateur Digesdahl signalent les dangers potentiels. Assurez-vous que ces écrans sont installés pendant l'utilisation et appliquez les précautions figurant sur l'étiquette.

1.7.6.2 Equipement de protection

Utilisez un équipement de protection adapté aux produits chimiques et procédures employés. Les fiches de données de sécurité (SDS) précisent ces informations.
L'équipement de protection peut inclure :

- Des lunettes de protection afin de se protéger contre les projections d'objets ou de produits chimiques.
- Des gants pour protéger la peau contre les substances toxiques ou corrosives, les objets coupants, très chauds ou très froids et les éclats de verre. Utilisez des pinces ou protège-doigts pour déplacer un appareil chaud.
- Une blouse de laboratoire ou un tablier de protection contre les projections afin de protéger la peau et les vêtements contre les éclaboussures.
- Des chaussures fermées et adaptées pour se protéger contre les renversements. Les chaussures ouvertes ou exposant une partie du pied sont à éviter dans les laboratoires.

- Des respirateurs peuvent être nécessaires en l'absence d'une ventilation suffisante, notamment de hottes aspirantes. Utilisez des hottes aspirantes lorsque la procédure l'exige ou si la fiche SDS les mentionne. Pour de nombreuses procédures, une ventilation standard peut suffire si elle apporte suffisamment d'air frais et assure une évacuation efficace évitant toute exposition inutile aux produits chimiques.

1.7.6.3 Equipement et fournitures de premier secours

La plupart des instructions de premier secours relatives aux éclaboussures de produits chimiques dans les yeux ou sur la peau impliquent un rinçage abondant à l'eau claire. Les laboratoires doivent disposer de postes de rinçage des yeux et de douches. En cas d'intervention sur le terrain, munissez-vous d'une trousse de nettoyage oculaire. Les laboratoires doivent disposer d'extincteurs et de hottes d'extraction adaptés.

1.7.6.4 Règles générales de sécurité

Appliquez systématiquement ces règles lorsque vous travaillez avec des produits chimiques toxiques et dangereux :

- Ne pipetez jamais à la bouche. Utilisez toujours un système mécanique de pipetage ou une pro-pipette pour éviter l'ingestion de produits chimiques.
- Appliquez rigoureusement les procédures d'analyse et observez toutes les mesures préventives. Lisez l'ensemble de la procédure avant de la commencer.
- Nettoyez rapidement tous les produits répandus. Assurez-vous que vous disposez de la formation nécessaire et d'un équipement adéquat pour nettoyer les produits répandus. Pour en savoir plus, consultez le responsable de la sécurité.
- Ne fumez, mangez ou ne buvez pas dans les zones où des produits chimiques toxiques ou irritants sont utilisés.
- Utilisez uniquement les réactifs et l'équipement mentionnés dans la procédure d'analyse.
- N'utilisez pas d'équipement de laboratoire endommagé ou cassé.
- Réduisez au strict minimum toute forme d'exposition à des produits chimiques. N'inhalez pas de vapeurs et évitez tout contact de produits chimiques avec la peau. Lavez-vous les mains après avoir utilisé des produits chimiques.
- Maintenez les surfaces de travail propres et rangées.
- Ne bloquez pas les sorties ou les accès aux équipements d'urgence.

1.7.7 Fiches de données de sécurité

Les fiches de données de sécurité (SDS, Safety data sheets) précisent les dangers des produits chimiques. Cette section décrit le contenu des fiches SDS et explique comment trouver des informations importantes concernant la sécurité et la mise au rebut des déchets. Les informations contenues dans les fiches SDS s'appliquent à l'état du produit au moment de sa vente par un fabricant précis. Les propriétés des mélanges créés à partir de ce produit sont naturellement différentes.

1.7.7.1 Comment obtenir une fiche de données de sécurité (SDS)

Toute commande initiale de produit chimique est accompagnée d'une fiche de données de sécurité. Certaines fiches font l'objet de mises à jour et sont alors communiquées au client. Consultez la dernière version des fiches de données de sécurité (SDS) pour prendre connaissance des nouvelles informations. Pour obtenir une autre copie d'une fiche de sécurité (SDS), appelez le +1 800 227 4224 ou téléchargez-la directement depuis le site www.hach.com.

1.7.7.2 Sections d'une fiche de données de sécurité

Toutes les fiches de données de sécurité (SDS) comportent 10 sections. Ces sections et leurs informations sont expliquées ci-dessous.

En-tête

Le numéro de commande du fabricant, la date de la SDS, le numéro de changement, l'adresse de l'entreprise avec son n° de téléphone, ainsi que les n° de téléphone en cas d'urgence figurent dans la partie supérieure de la fiche SDS.

1.7.7.2.1 Identification du produit

Cette section contient :

- Nom du produit
- Numéro CAS (Chemical Abstract Services)
- Nom chimique
- Formule chimique, le cas échéant
- Famille chimique du produit

1.7.7.2.2 Ingrédients

Cette section présente tous les composants du produit. Elle contient toutes les informations suivantes pour chaque composant :

- PCT : pourcentage en poids du composant
- N° CAS : numéro de registre CAS (Chemical Abstract Services) du composant
- SARA (Superfund Amendments and Reauthorization Act) : loi américaine portant modification et réautorisation du Fonds spécial pour l'environnement, également appelée « loi sur le droit de savoir de la collectivité ». Vérifiez si le composant figure dans la section SARA 313. Si le composant est connu et si l'installation utilise une quantité supérieure à ce qui est spécifié, signalez l'utilisation à l'USEPA tous les ans.
- TLV (Threshold Limit Value) : valeur limite de seuil. La concentration aérienne maximale pour une exposition de 8 heures qui est recommandée par l'ACGIH (American Conference of Governmental Industrial Hygienists, conférence américaine des hygiénistes industriels gouvernementaux).
- PEL (Permissible Exposure Limit) : limite d'exposition admissible. La concentration aérienne maximale pour une exposition de 8 heures qui est recommandée par l'OSHA (Occupational Safety and Health Administration, administration de la santé et de la sécurité dans le cadre du travail).
- DANGER : explication des dangers physiques et sanitaires du composant.

1.7.7.2.3 Données physiques

La présente section indique les propriétés physiques du produit. Les propriétés physiques incluent l'état, la couleur, l'odeur, la solubilité, le point d'ébullition, le point de fusion, la gravité, le pH, la densité des vapeurs, le taux d'évaporation, la corrosivité, la stabilité et les précautions de stockage.

1.7.7.2.4 Risques d'incendie et d'explosion, et données de réactivité

Cette section précise les limites de point d'éclair et d'inflammabilité des matériaux. Elle indique également comment combattre les flammes. Termes clés de cette section :

- Point d'éclair : la température à laquelle un liquide émet suffisamment de vapeurs inflammables pour prendre feu.
- L'inflammabilité est généralement définie par le point d'éclair.
- Limite inférieure d'inflammabilité : la concentration minimale susceptible de créer une flamme ou un éclair en présence d'une source d'inflammation.
- Limite d'inflammabilité supérieure : concentration des vapeurs dans l'air qui est trop riche pour brûler.
- Codes NFPA : l'association américaine de prévention des incendies (NFPA, National Fire Protection Association) propose un système permettant d'évaluer le degré de dangerosité d'un produit chimique. Ces codes sont généralement placés dans un losange coloré. Ils vont de 0, pour un danger minimal, à 4 pour un danger extrême. Ces codes sont répartis dans les catégories suivantes : santé (bleu), inflammabilité (rouge), réactivité (jaune) et dangers spéciaux (blanc).

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1.7.7.2.5 Risques pour la santé

Cette section décrit les voies de pénétration des produits chimiques dans le corps (p. ex., ingestion, inhalation, contact avec la peau). Elle précise également les séquelles aiguës (immédiates) et chroniques (long terme). Les substances provoquant des cancers ou altérations génétiques sont indiquées dans cette section.

1.7.7.2.6 Mesures de précaution

Cette section regroupe les mesures de précautions applicables au matériel. Elles portent aussi bien sur le stockage que la manipulation, la prévention et l'équipement de protection indispensables à la sécurité.

1.7.7.2.7 Premiers secours

Cette section regroupe les mesures de premier secours à appliquer en cas d'exposition à des produits chimiques. Lisez cette section avant de faire régurgiter une victime. En effet, pour certains produits chimiques il est préférable d'éviter la régurgitation. Contactez immédiatement un médecin ou un secouriste en cas d'exposition à des produits chimiques.

1.7.7.2.8 Techniques applicables en cas de débordement

Cette section regroupe les pratiques sécurisées de nettoyage et mise au rebut des substances renversées. Pour plus d'informations, reportez-vous à la section Déchets dangereux à la page 49. Le producteur des déchets est responsable de l'application des lois qui s'appliquent dans chacune de ses installations.

1.7.7.2.9 Données de transport

Cette section regroupe des informations d'expédition nationales et internationales. Le type de transport, la catégorie de danger et le numéro d'identification du produit sont indiqués.

1.7.7.2.10 Références

Cette section précise les documents de référence utilisés pour rédiger les fiches de données de sécurité (SDS).

Reportez-vous à la section Référence indiquant si ce produit répond à l'exigence SARA 313 ou figure dans la liste de la « Proposition 65 » de l'Etat de Californie répertoriant les substances chimiques cancérigènes, le cas échéant. Toutes les informations spéciales concernant le produit figurent dans cette section.

1.7.7.3 Plan d'hygiène chimique (OSHA)

Les règlements OSHA (Occupational Safety and Health Administration, administration de la santé et de la sécurité dans le cadre du travail) regroupent les lois contrôlant l'exposition aux produits chimiques dangereux dans les laboratoires. Ces règlements figurent sous l'intitulé 29 CFR 1910.1450 et s'appliquent à toutes les sociétés qui traitent des produits chimiques dangereux et leur donne pour obligation de développer et d'utiliser un plan d'hygiène chimique écrit, et de nommer un responsable de son application.

Procédures chimiques

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Aluminium

DOC316.53.01002

Méthode à l'aluminon[1]

Méthode 8012

0.008 to 0.800 mg/L Al^{3+} (spectrophotometers)

Sachets de poudre

0,01 à 0,80 mg/l Al^{3+} (colorimètres)

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.
Nettoyez tout le matériel en verre avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2), puis rincez soigneusement à l'eau désionisée pour supprimer tous contaminants.
La température de l'échantillon doit être de 20 à 25 °C (68 à 77 °F) pour des résultats précis.
La cuve à circulation peut être utilisée (pour les appareils concernés) à condition de bien la rincer avec de l'eau désionisée entre le blanc et les échantillons préparés.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
AluVer® 3[1] – sachet de poudre de réactif pour aluminium	1
Sachet de poudre d'acide ascorbique	1
Sachet de poudre de réactif 3 de décoloration	1
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml, avec bouchon en verre	1
Cuves d'échantillon. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.	2

[1] AluVer est une marque déposée de Hach Company.

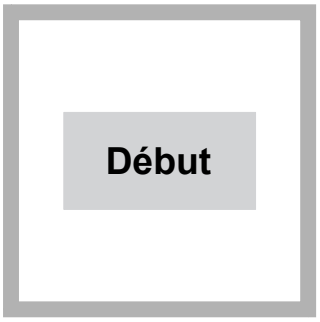
Reportez-vous à la section Consumables and replacement items pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 3,5–4,5 avec solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

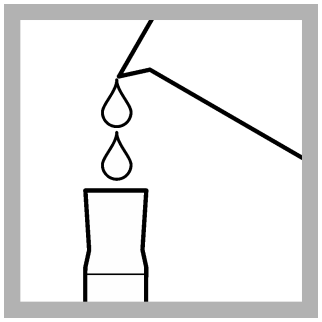
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

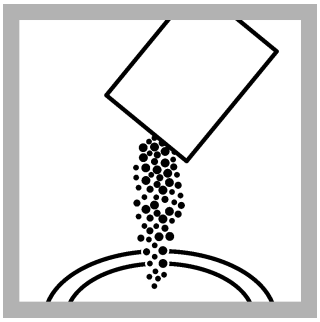


1. Lancez le programme **10 Aluminum Alumin**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

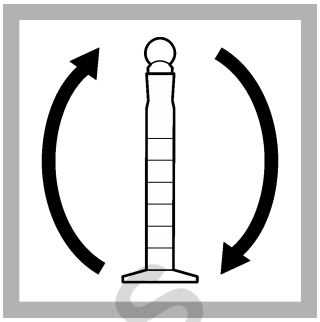
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



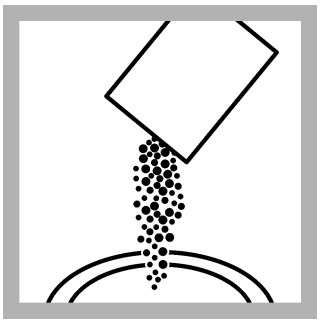
2. Remplissez une éprouvette de mélange avec l'échantillon jusqu'au repère de 50 ml.



3. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre d'acide ascorbique.



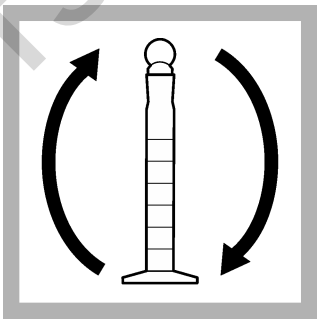
4. Bouchez l'éprouvette de mélange. Retournez-la plusieurs fois pour procéder au dissoudre la poudre.



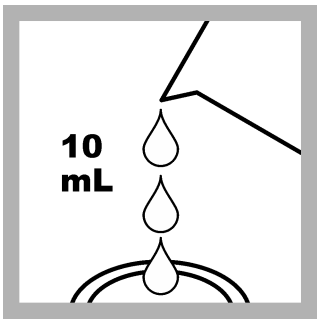
5. Ajoutez un sachet de poudre de réactif AluVer 3 pour la détermination de l'aluminium.
Une couleur orange virant au rouge apparaît en présence d'aluminium.



6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1-minute commence.

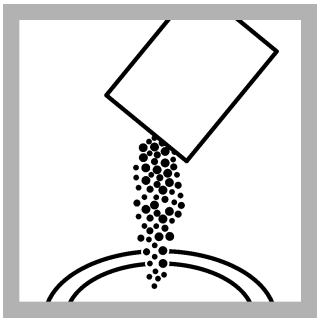


7. Inversez l'éprouvette plusieurs fois pendant le temps de réaction. Toute poudre non dissolue peut entraîner des résultats discordants.



8. Préparation du blanc : Versez 10 ml d'échantillon ayant réagi dans une cuve d'échantillon.

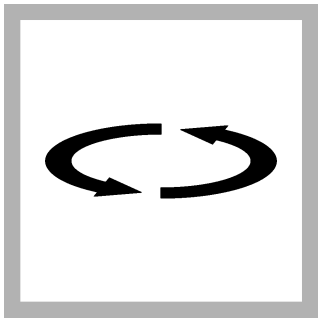
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Ajoutez un sachet de poudre de réactif Bleaching 3 dans le blanc.



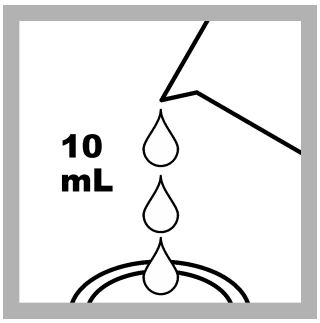
10. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 30 secondes commence.



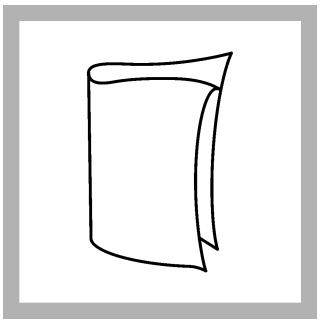
11. Faites tourner vigoureusement la cuve d'échantillon. La solution devient orange clair à moyennement foncé.



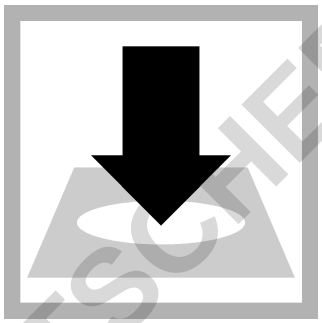
12. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 15 minutes commence.



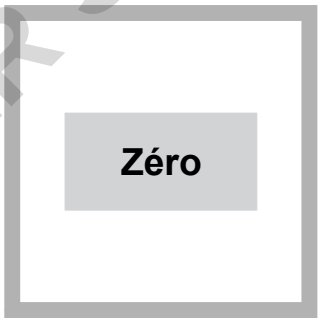
13. Préparation de l'échantillon : Versez 10 ml de solution de l'éprouvette dans une autre cuve d'échantillon.



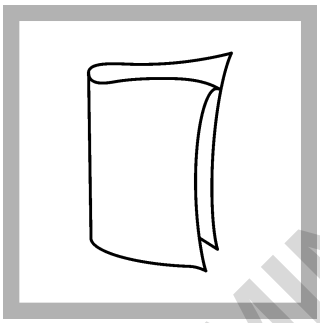
14. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



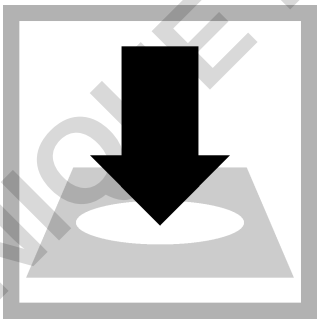
15. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 ou 0,000 mg/l Al^{3+}.



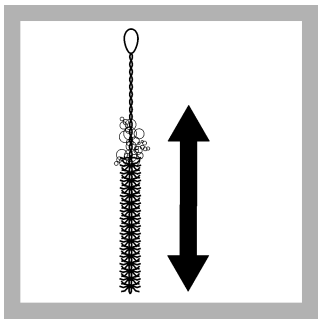
17. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



18. Sous 5 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



19. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Al^{3+}.



20. Nettoyez immédiatement l'éprouvette graduée et les cuves d'échantillon avec de l'eau savonneuse et une brosse. Rincez à l'eau désionisée.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Plus de 300 mg/l en $CaCO_3$. Prétraitez les échantillons qui ont une acidité de plus de 300 mg/l en $CaCO_3$ de la façon suivante : **1.** Ajoutez 1 goutte de solution témoin de m-nitrophénol dans un échantillon neuf de 50 ml. **2.** Ajoutez 1 goutte de solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N. Bouchez l'éprouvette. Retournez-la pour mélanger la solution. Répétez jusqu'à ce que la solution vire de l'incolore au jaune. **3.** Ajoutez 1 goutte de solution étalon d'acide sulfurique 5,25 N jusqu'à ce que la solution vire du jaune à l'incolore. Utilisez cet échantillon traité dans la méthode d'analyse.
Alcalinité	1 000 mg/l en $CaCO_3$. Prétraitez les échantillons qui présentent des concentrations d'alcalinité supérieures de la façon suivante : **1.** Ajoutez 1 goutte de solution témoin de m-nitrophénol dans un échantillon neuf de 50 ml. Une coloration jaune indique une alcalinité excessive. **2.** Ajoutez 1 goutte de solution étalon d'acide sulfurique 5,25 N. Bouchez l'éprouvette. Retournez-la pour mélanger la solution. Si la coloration jaune persiste, répétez cette manipulation jusqu'à ce que la solution vire à l'incolore. Utilisez cet échantillon traité dans la méthode d'analyse.
Fluor	Interfère à tous les niveaux. Reportez-vous à la Interférence du fluor à la page 5.
Fer	Au-dessus de 20 mg/l
Phosphate	Au-dessus de 50 mg/l
Polyphosphate	Le polyphosphate interfère à tous les niveaux, provoque des erreurs négatives et ne doit pas être présent. Avant l'analyse, l'échantillon doit être prétraité par hydrolyse acide pour convertir le polyphosphate en orthophosphate. Utilisez la technique au phosphore, procédure de minéralisation à l'acide hydrolysable.

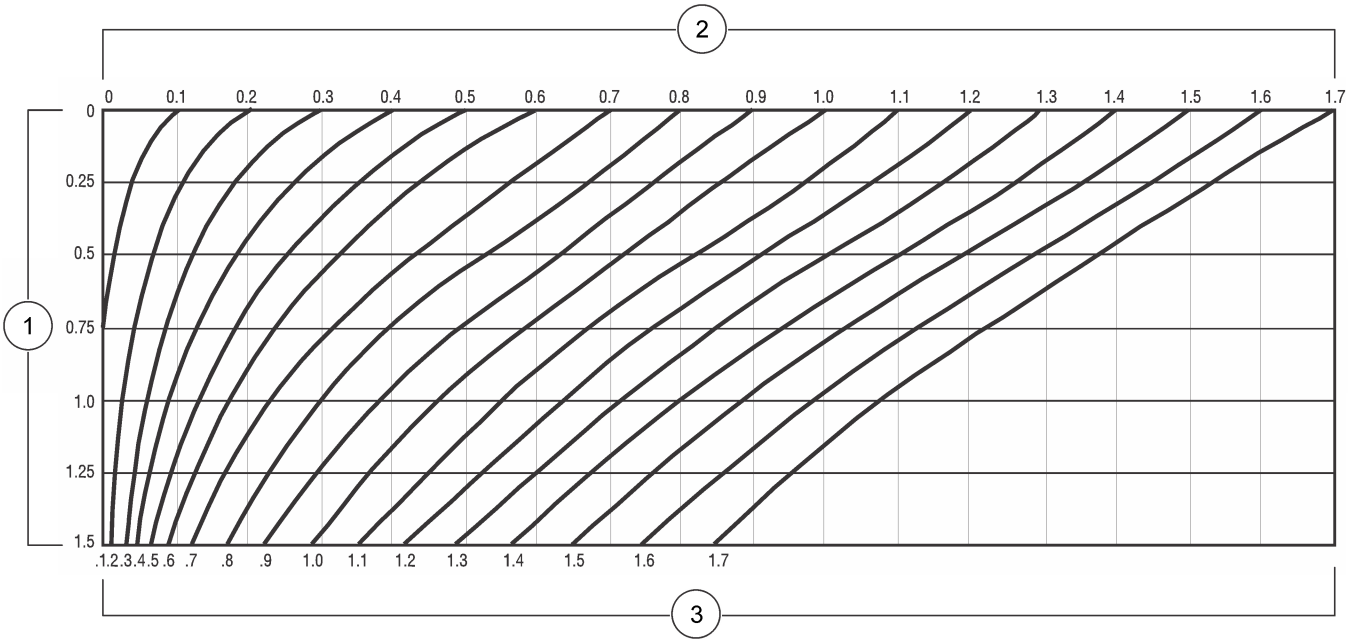
Interférence du fluor

Le fluor forme des complexes avec l'aluminium et génère des interférences à tous les niveaux. Si la concentration de fluor de l'échantillon est connue, utilisez la Figure 1 pour déterminer la concentration réelle en aluminium.
Procédure d'utilisation du graphique d'interférence du fluor :

1. Dans la partie supérieure du graphique, recherchez les résultats relatifs à l'aluminium pour la procédure d'analyse.
2. Dans la partie gauche du graphique, recherchez la concentration de fluor dans l'échantillon.
3. Suivez les lignes de la grille pour rechercher le point d'intersection des valeurs.
4. Suivez les courbes de chaque côté du point d'intersection pour identifier la concentration réelle d'aluminium en bas du graphique.
   Exemple : le test d'aluminium renvoie 0,7 mg/l Al^{3+} et la concentration de fluor est de 1 mg/l F^-. La ligne de 0,7 mg/l Al^{3+} croise la ligne de 1 mg/l F^- entre les courbes de 1,2 et 1,3 mg/l Al^{3+}. Dans cet exemple, la concentration réelle d'aluminium est de 1,27 mg/l.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Figure 1 Graphique d'interférence du fluor



1 Axe des y : mg/l F^- dans l'échantillon	**2** Axe des x, bas : mg/l Al^{3+}, résultat du test	**3** Axe des x, haut : mg/l Al^{3+} réel

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon d'aluminium, 50 mg/l
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 50 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'aluminium, 100 mg/l
- Flacon jaugé de 250 ml, classe A
- Pipette jaugée de 1,00 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de aluminium 0,4 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 1,00 ml d'aluminium 100 mg/l dans le flacon jaugé. *(Autre préparation : utilisez une pipette pour ajouter 0,8 ml de solution étalon d'aluminium de 50 mg/l dans un flacon jaugé de 100 ml.)*
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
10	0,40 mg/l Al^{3+}	0,385–0,415 mg/l Al^{3+}	0,008 mg/l Al^{3+}

Résumé de la méthode

Le témoin Aluminon se combine avec l'aluminium dans l'échantillon pour former une couleur rouge-orange. L'intensité de la couleur est directement proportionnelle à la concentration de l'aluminium. L'acide ascorbique est ajouté avant le réactif AluVer 3 pour éliminer l'interférence du fer. Pour créer un blanc de réactif, l'échantillon est divisé après l'addition d'AluVer 3. Le réactif de décoloration Bleaching 3 est ensuite ajouté à l'une des moitiés de l'échantillon divisé afin de blanchir la couleur du complexe aluminon/aluminium. Le réactif à l'aluminium AluVer 3, conditionné en poudre, apporte une stabilité exceptionnelle et est utilisable pour les eaux douces. La longueur d'onde de mesure est de 522 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour aluminium, inclut :	—	100 analyses	2242000
AluVer® 3[1] – sachet de poudre de réactif pour aluminium	1	Lot de 100	1429099
Sachet de poudre d'acide ascorbique	1	Lot de 100	1457799
Sachet de poudre de réactif 3 de décoloration	1	Lot de 100	1429449

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange (suite)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	varie	500 ml	88449
Eau désionisée	varie	4 l	27256

[1] AluVer est une marque déposée de Hach Company.

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml, avec bouchon en verre	1	1	189641

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'aluminium, 100 mg/l en Al^{3+}	100 ml	1417442
Solution étalon d'aluminium, 10 mg/l en Al^{3+}	100 ml	2305842
Solution étalon d'aluminium, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l en Al	Lot de 16	1479210
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Flacon jaugé, classe A, 250 ml	1	1457446
Détergent Liqui-Nox sans phosphate	946 ml	2088153
Solution témoin de m-nitrophénol	100 ml	247632
Solution d'acide nitrique, au 1/2	500 ml	254049
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Solution étalon d'acide sulfurique, 5,25 N	100 ml	244932
Goupillon pour tubes à essai	1	69000

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Baryum

DOC316.53.01315

Méthode turbidimétrique[1] **Méthode 10251**

2 à 100, 20 à 1 000, 200 à 10 000 mg/L Ba (spectrophotomètres) **Sachets de poudre**

2 à 80, 20 à 800, 200 à 8 000 mg/l Ba (colorimètres)

Cadre d'application: Pour les eaux des champs de pétrole et gaz.

[1] Adaptée à partir de Snell and Snell, Colorimetric Methods of Analysis, Vol. II, 769 (1959).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Pour les méthodes turbidimétriques, installez le capuchon ou capot de tous les appareils avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Utilisez l'option d'ajustement d'étalon avec chaque nouveau lot de réactif pour obtenir les meilleurs résultats. Reportez-vous à la méthode par solution étalon à la section Vérification de l'exactitude à la page 4.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Filtrez les échantillons troubles avec du papier-filtre et un entonnoir.
N'utilisez pas la cuve à circulation ou le module par aspiration (pour les appareils concernés) pour cette analyse.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

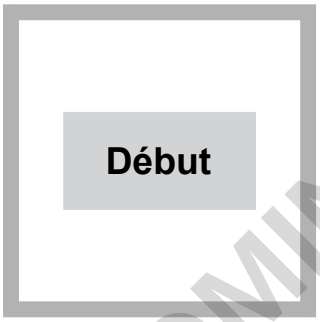
Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif pour baryum BariVer™ 4	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

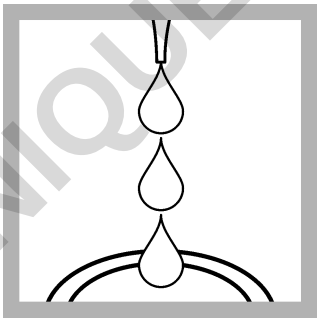
- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 5 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure avec sachet de poudre



1. Lancez le programme **20 Baryum**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

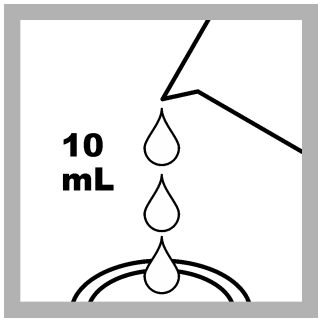
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



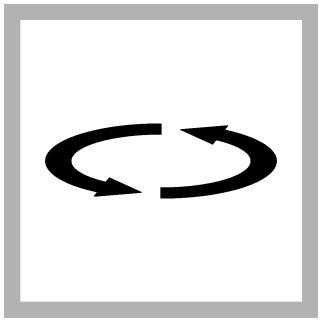
2. Préparation du blanc : ajoutez le volume d'échantillon qui est spécifié pour la gamme de test dans une cuve d'échantillon propre :

- 2 à 100 mg/l : 10 ml
- 20 à 1 000 mg/l : 1,0 ml
- 200 à 10 000 mg/l : 0,1 ml

Utilisez une pipette pour ajouter les volumes de 1,0 ml et 0,1 ml.

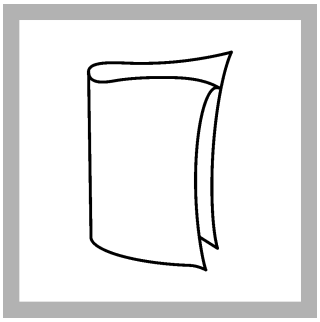


3. Si le volume de l'échantillon est inférieur à 10 ml, ajoutez de l'eau désionisée jusqu'au repère de 10 ml.

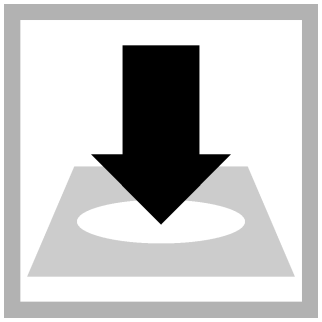


4. Faites tourner pour mélanger.
Voir Définition du facteur de dilution à la page 4. Vous pouvez utiliser une éprouvette de mélange graduée de 10 ml au cours des étapes 2 et 3.

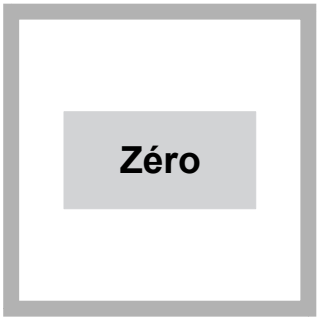
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



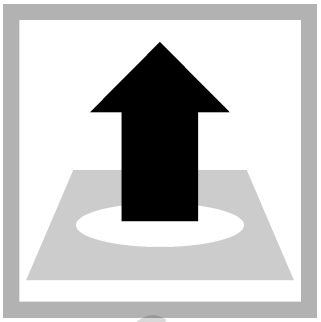
5. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



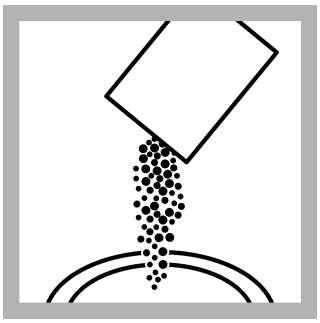
6. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



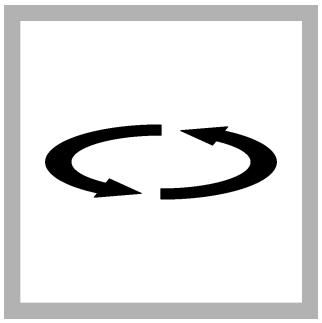
7. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l Ba^{2+}.



8. Retirez la cuve d'échantillon du porte-cuve.



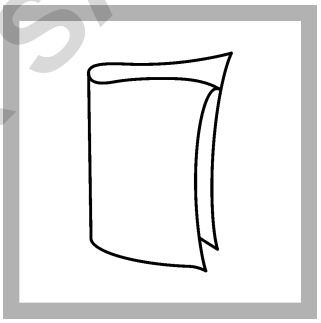
9. Préparation de l'échantillon : ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif pour baryum BariVer™ 4 dans la cuve d'échantillon.
La solution devient trouble si l'échantillon contient du baryum.



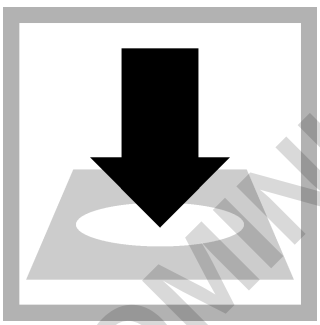
10. Faites tourner pour mélanger.
L'échantillon devient trouble en présence de baryum. La précision n'est pas affectée par la présence de poudre non dissoute.



11. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.
Ne déplacez pas la cuve d'échantillon pendant la période de réaction.



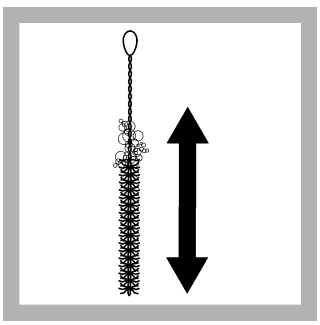
12. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



13. Sous 5 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Ba^{2+}.



15. Nettoyez immédiatement la cuve d'échantillon après chaque analyse, avec du savon, de l'eau et une brosse.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Calcium	10 000 mg/l en $CaCO_3$
Magnésium	100 000 mg/l en $CaCO_3$
Silice	500 mg/l
Chlorure de sodium	130 000 mg/l en NaCl

Substance interférente	Niveau d'interférence
Strontium	Le niveau d'interférence dépend de la matrice d'échantillon et de la concentration de baryum. Une concentration nulle de baryum confirme l'absence d'interférence du strontium. Les meilleurs résultats sont obtenus lorsque la concentration de baryum est inférieure à 20 mg/l et lorsque la concentration de strontium (en mg/l) est inférieure ou égale à la concentration de baryum.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peuvent inhiber l'ajustement du pH par le ou les réactifs et générer des résultats incorrects.

Définition du facteur de dilution

Les appareils dotés d'une option avec facteur de dilution peuvent inclure ce dernier dans le résultat et afficher la concentration de l'échantillon original sans dilution. Par exemple, si l'échantillon est dilué à un facteur de 10, l'appareil multiplie le résultat par 10 et présente le résultat calculé sur l'affichage de l'appareil.

1. Sélectionnez le facteur de dilution dans le menu de l'appareil, **Options>More>Dilution** (Options>Autres>Dilution).

   Remarque : *DR 1900 : sélectionnez* ***Options>Advanced Options>Dilution Factors>On*** *(Options>Options avancées>Facteurs de dilution>Activer).*

   Remarque : *les colorimètres incluent un facteur de dilution lorsque la forme chimique est définie. Sélectionnez* ***Options>Advanced Options>Chemical Form*** *(Options>Options avancées>Forme chimique) et sélectionnez LR, MR ou HR (gamme basse, moyenne ou haute).*
2. Entrez le facteur de dilution :
   - Echantillon de 1 ml dilué à 10 ml : facteur de dilution de 10.
   - Echantillon de 0,1 ml dilué à 10 ml : facteur de dilution de 100.
3. Appuyez sur **OK** pour confirmer. Appuyez à nouveau sur **OK**.
4. Appuyez sur **RETURN** (Retour) pour revenir à l'écran de mesure.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de baryum, 1 000 mg/l Ba
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml
- Embouts de pipette

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.

7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de baryum, 1 000 mg/l Ba
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de baryum à 50,0 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 5,00 ml de baryum à 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
20	30 mg/l Ba	25–35 mg/l Ba	1 mg/l Ba

Résumé de la méthode

La poudre de réactif au baryum BariVer™ 4 se combine avec le baryum pour former un précipité de sulfate de baryum qui est maintenu en suspension par un colloïde de protection. La quantité du précipité est proportionnelle à la concentration de baryum. La longueur d'onde de mesure est de 450 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour baryum BariVer™ 4	1	Lot de 100	1206499

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de baryum, 1 000 mg/l Ba	100 ml	1461142
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Brosse, tube à essai	1	69000
Filtre, papier, 2–3 microns, plissé, 12,5 cm	Lot de 100	189457
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Détergent Liqui-Nox sans phosphate	946 ml	2088153
Solution d'acide nitrique, au 1/2	500 ml	254049
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Pipette, jaugée, 5,00 ml	1	1451537
Pro-pipette	1	1465100
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	100 ml CGG	245032

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Benzotriazole/tolyltriazole

DOC316.53.01008

Méthode Photolyse UV[1] **Méthode 8079**

Benzotriazole (1,0 à 16,0 mg/l) **Sachets de poudre**

Tolyltriazole (1,0 à 20,0 mg/l)

Cadre d'application: Pour eau de chaudière et de tour de réfrigération. Cette méthode telle qu'elle est décrite ne convient pas à l'utilisation avec HRA.

[1] Adaptée à partir de Harp, D., compte rendu de la 45e conférence internationale sur l'eau, 299 (22-24 octobre 1984)

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Portez des lunettes de protection contre les UV lorsque la lampe à UV est allumée.
Ne touchez pas la surface de la lampe à UV à main nue. Les empreintes digitales peuvent abîmer le verre. Rincez la lampe et essuyez-la avec un tissu doux et propre entre les analyses.
La température de l'échantillon doit être de 20 à 25 °C (68 à 77 °F) pour des résultats précis.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

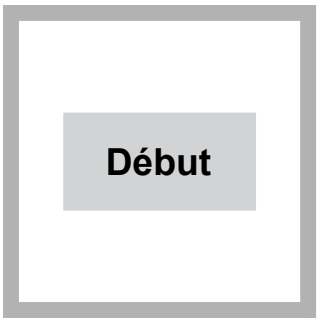
Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif pour triazole	1
Flacon mélangeur carré, 25 ml	1
Lampe à ultraviolet avec alimentation	1
Lunettes de protection contre les UV	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.

Procédure avec sachet de poudre et photolyse UV

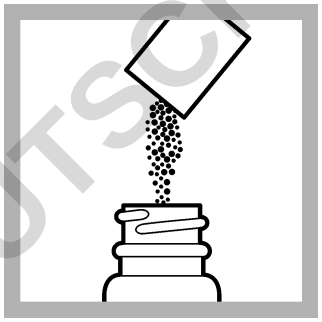


1. Lancez le programme **30 Benzotriazole** ou le programme **730 Tolyltriazole**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

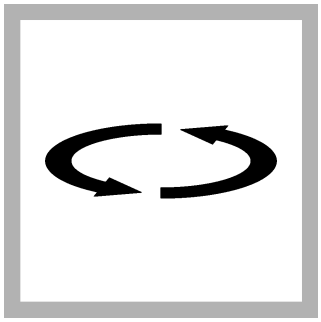
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez un flacon mélangeur avec l'échantillon jusqu'au repère de 25 ml.

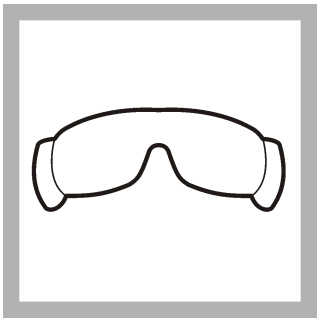


3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif triazole.

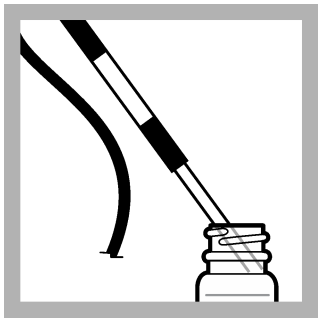


4. Faites tourner pour mélanger.
Assurez-vous que toute la poudre est bien dissoute.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



5. Mettez des lunettes de protection contre les UV.

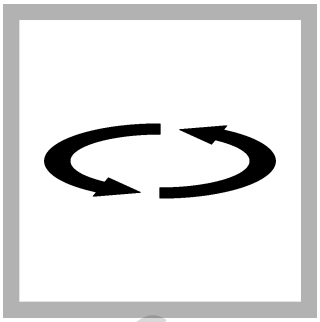


6. Placez la lampe à ultraviolets dans le flacon mélangeur. Allumez la lampe à UV.

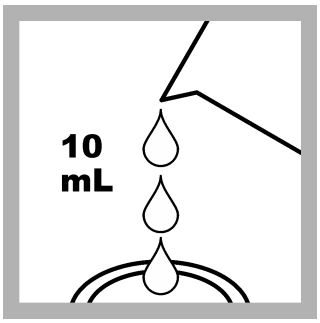


7. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.

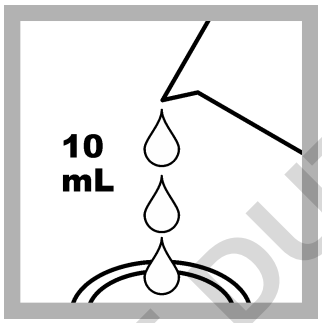
Des résultats faibles se produisent si la photolyse UV dure plus ou moins de 5 minutes. Une couleur jaune se développe si du triazole est présent dans l'échantillon.



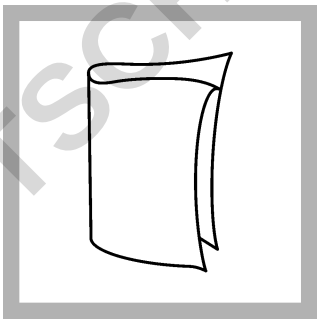
8. A la fin de la minuterie, éteignez la lampe. Enlevez la lampe du flacon mélangeur. Faites tourner le flacon mélangeur pour bien en mélanger le contenu.



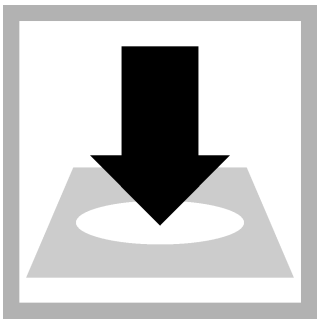
9. Remplissez une cuve avec 10 ml d'échantillon après réaction (l'échantillon préparé).



10. Préparation du blanc : Remplissez une deuxième cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon n'ayant subi aucune réaction



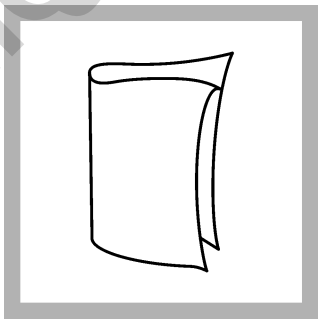
11. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



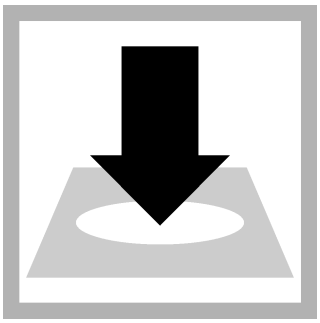
12. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l de benzotriazole ou tolyltriazole.



14. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



15. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l de benzotriazole ou tolyltriazole.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acrylates (en acrylate de méthyle)	Au-dessus de 50 mg/l
Alun	Au-dessus de 400 mg/l
Borate (en tétraborate de sodium (borax))	Ajustez avant l'analyse le pH de l'échantillon sur 4 à 6 avec de l'acide sulfurique 1 N. Si l'échantillon contient plus de 4 000 mg/l, diluez-le.
Chlore (en Cl_2)	Au-dessus de 20 mg/l
Chrome (en chromate)	Au-dessus de 12 mg/l
Couleur	Crée une interférence positive.
Cuivre	Au-dessus de 10 mg/l
Dureté	Au-dessus de 500 mg/l en $CaCO_3$. Ajoutez 10 gouttes de solution de sel de Rochelle avant le réactif.
Fer	Au-dessus de 20 mg/l
Lignosulfonates	Au-dessus de 40 mg/l
Magnésium	Au-dessus de 300 mg/l en $CaCO_3$
Molybdène (en molybdate)	Au-dessus de 200 mg/l
Nitrite	Ajustez avant l'analyse le pH de l'échantillon sur 4 à 6 avec de l'acide sulfurique 1 N. Si l'échantillon contient plus de 4 000 mg/l, diluez-le.
Phosphonates (AMP ou HEDP)	Au-dessus de 100 mg/l
Sulfate	Au-dessus de 200 mg/l.
Zinc	Au-dessus de 80 mg/l
Oxydants et réducteurs forts	Interfèrent à tous les niveaux.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de benzotriazole, 500 mg/l
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml
- Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Vérification de la lampe UV

Complétez cette procédure pour vous assurer que la lampe UV fonctionne correctement. Si le résultat est significativement faible, remplacez la lampe. La durée de vie normale d'une lampe UV est d'environ 5 000 heures.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de benzotriazole, 500 mg/l
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de de benzotriazole à 5,0 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 10,0 ml de benzotriazole à 500 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *Si le résultat de l'analyse est très en dessous de 5 mg/l, remplacez la lampe.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
30	benzotriazole (10 mg/l)	benzotriazole (9,7–10,3 mg/l)	benzotriazole (0,2 mg/l)
730	tolyltriazole (12 mg/l)	tolyltriazole (11,6–12,4 mg/l)	tolyltriazole (0,2 mg/l)

Résumé de la méthode

Le benzotriazole ou tolyltriazole, sont utilisés dans de nombreuses applications, telles que les inhibiteurs de corrosion pour le cuivre et les alliages de cuivre, et sont déterminés par une procédure brevetée de photolyse catalytique en ultraviolet (UV) qui se réalise en moins de 10 minutes. La longueur d'onde de mesure est de 425 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour triazole	1	Lot de 100	2141299

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Lunettes de protection contre les UV	1	1	2113400
Flacon, carré, avec repère de 25 ml	1	1	1704200
Faites votre choix en fonction de la tension disponible :			
Kit lampe, UV, avec alimentation, 115 V c.a., 60 Hz	1	1	2704500
Kit lampe, UV, avec alimentation, 230 V c.a., 50 Hz	1	1	2704502

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de benzotriazole, 500 mg/l	100 ml	2141342

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Solution de sel de Rochelle	29 ml	172533
Pipette, jaugée, classe A, 10 ml	1	1451538

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Bore

DOC316.53.01313

Méthode au carmin **Méthode 10252**

2 à 50 mg/l B **Sachets de poudre**

Cadre d'application: Pour les eaux des champs de pétrole et gaz

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Le réactif intervenant dans cette analyse est corrosif. Utilisez des équipements de protection pour la peau et les yeux et tenez-vous prêt à nettoyer les débordements à l'eau courante.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif BoroVer 3	1
Acide sulfurique, concentré	75 ml
Eau désionisée	2 ml
Tubes en verre, 16 mm x 100 mm	2
Bouchons, Téflon blanc	2

Eléments à préparer (suite)

Description	Quantité
Flacon, poly, bouchon à visser, 250 ml	1
Eprouvette graduée, poly, 100 ml	1
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Faites une sélection :	
Pipette, 0,2 à 1,0 ml, BBP078	1
Embout de pipette, pour BBP078	2
Pipette, 1,0 à 1,0 ml, BBP065	1
Embout de pipette, pour BBP065	2
OU	
Pipette TenSette, 0,1 à 1,0 ml	1
Embouts pour pipettes de 0,1 à 1,0 ml, TenSette	2
Pipette TenSette, 1,0 à 10,0 ml	1
Embouts pour pipettes de 1,0 à 10,0 ml, TenSette	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

Recueillez les échantillons dans des flacons en polyéthylène ou polypropylène propres.

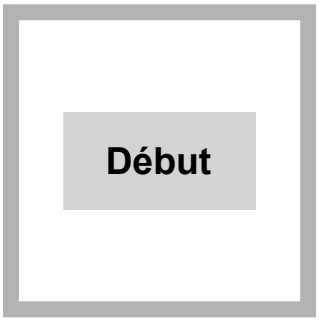
Préparation des tubes en verre pour la première utilisation

Les nouveaux tubes en verre peuvent contenir des résidus de réactif au bore provenant du processus de fabrication. Pour de meilleurs résultats, préconditionnez les tubes avant la première utilisation. Les tubes qui ont déjà été utilisés n'ont plus besoin d'être préconditionnés.

1. Préparez la solution de BoroVer 3/d'acide sulfurique.
2. Ajoutez 3 à 4 ml de la solution BoroVer 3/d'acide sulfurique dans les tubes.
3. Au bout de 30 minutes, évacuez la solution.
4. Rincez et séchez les tubes avant de les utiliser.

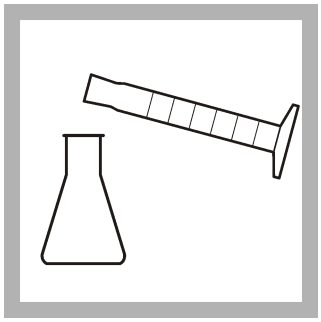
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

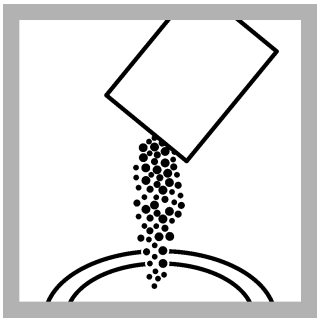


1. Lancez le programme **41 Boron HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

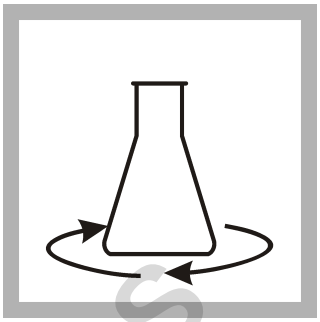
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



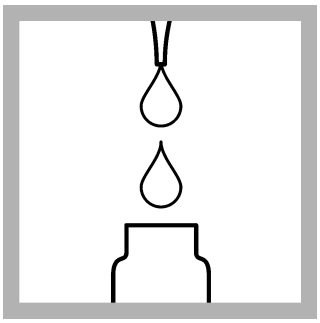
2. Utilisez une éprouvette graduée de 100 ml pour mesurer 75 ml d'acide sulfurique concentré. Versez l'acide dans un Erlenmeyer en plastique de 250 ml.



3. Dans une zone bien ventilée ou sous une hotte, ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif BoroVer 3 dans le flacon.

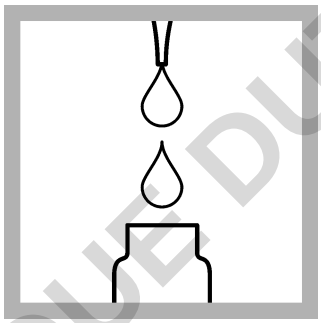


4. Faites tourner le flacon immédiatement pour mélanger son contenu. Faites tourner pendant 5 minutes afin de dissoudre complètement la poudre.



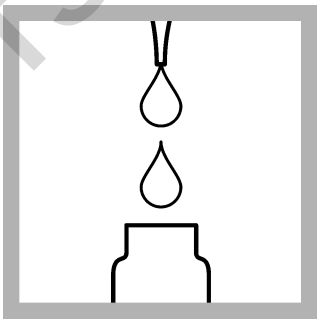
5. Préparation du blanc : retirez le capuchon d'un tube propre de 16 mm. Ajoutez 0,2 ml d'eau désionisée. Reportez-vous aux sections Préparation des tubes en verre pour la première utilisation à la page 2 et Nettoyage des tubes en verre usagés à la page 5.

Remarque : *si vous ne disposez pas d'une pipette de 3,5 ml, vous pouvez utiliser 0,4 ml d'eau désionisée.*



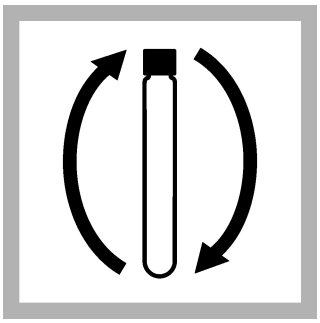
6. Préparation de l'échantillon : retirez le capuchon d'un tube propre de 16 mm. Ajoutez 0,2 ml d'échantillon.

Remarque : *si vous ne disposez pas d'une pipette de 3,5 ml, vous pouvez utiliser 0,4 ml d'échantillon.*



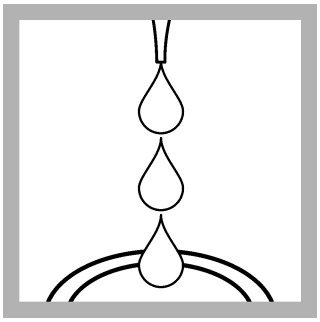
7. Versez 3,5 ml de la solution BoroVer 3, préparée à l'étape 4, dans le tube d'échantillon **préparé**.

Remarque : *si vous ne disposez pas d'une pipette de 3,5 ml, utilisez 7,0 ml de solution BoroVer 3 avec 0,4 ml d'échantillon.*



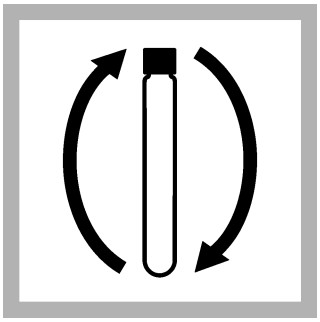
8. Posez le capuchon sur l'échantillon préparé et retournez-le pour le mélanger.
La solution contenue dans le tube devient chaude.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Versez 3,5 ml de la solution BoroVer 3, préparée à l'étape 4, dans le tube d'échantillon de **blanc**.

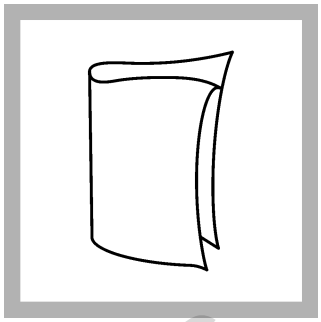
Remarque : *si vous ne disposez pas d'une pipette de 3,5 ml, utilisez 7,0 ml de solution BoroVer 3 avec 0,4 ml d'eau désionisée.*



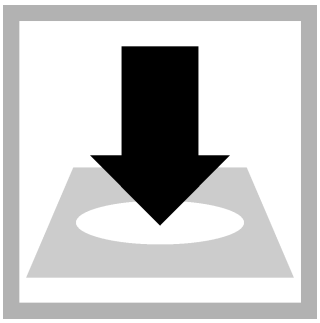
10. Bouchez le blanc. Retournez-le pour le mélanger.
La solution contenue dans le tube devient chaude.



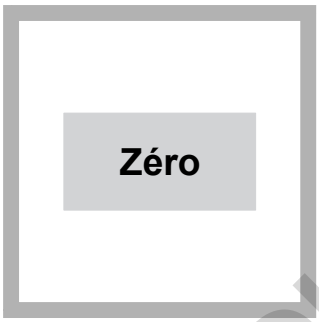
11. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 30 minutes commence.



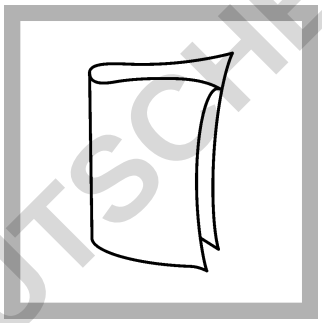
12. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



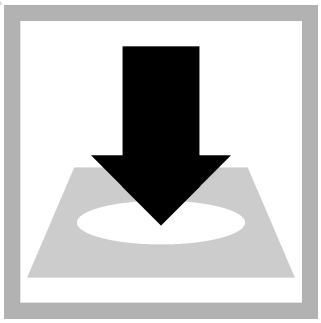
13. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



14. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l B en gamme haute.



15. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



16. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



17. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l B.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Préparation des réactifs

Vous pouvez préparer plus de 75 ml de solution BoroVer 3/d'acide sulfurique pour les analyses multiples.

Notes de préparation

- De l'acide chlorhydrique gazeux (HCl) se forme lorsque le sachet de poudre est ajouté à l'acide sulfurique. Le mélange doit être réalisé sous une hotte aspirante.
- La solution reste stable pendant un maximum de 48 heures lorsqu'elle est conservée dans un récipient en plastique.
- Afin d'éviter la contamination au bore par le matériel en verre, ne conservez pas la solution dans du matériel en verre borosilicate (Pyrex® ou Kimax®) pendant plus d'une heure.
- La solution BoroVer 3/d'acide sulfurique est extrêmement acide. Consultez la fiche de données de sécurité (MSDS/SDS) la plus récente pour prendre connaissance des instructions de manipulation et mise au rebut.

1. Déterminez la quantité d'acide sulfurique et de sachets de poudre nécessaires en fonction du nombre d'échantillons à analyser. Utilisez 75 ml d'acide sulfurique pour chaque analyse. Utilisez un sachet de poudre de réactif BoroVer 3 par volume de 75 ml d'acide sulfurique.
2. Sous une hotte aspirante, mesurez l'acide sulfurique concentré avec une éprouvette graduée.
3. Versez l'acide dans un Erlenmeyer.
4. Agitez l'acide et ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif BoroVer 3 dans le flacon. Faites tourner pour mélanger. Attendez que la poudre soit totalement dissoute. Continuez en ajoutant les sachets un à un. Agitez la solution pour dissoudre la poudre au fur et à mesure.
5. Versez cette solution dans des récipients en plastique et utilisez-la sous 48 heures.

Nettoyage des tubes en verre usagés

AVIS

La solution d'acide sulfurique/BoroVer 3 est extrêmement acide. Neutralisez la solution en la ramenant au pH 6 à 9 avant de la mettre au rebut. Consultez une fiche de données de sécurité (SDS, Safety Data Sheet) à jour pour prendre connaissance des instructions de manipulation et mise au rebut sécurisées du bore après réaction.

Les tubes en verre et leurs bouchons peuvent être réutilisés.

1. Videz l'ensemble de la solution de bore.
2. Rincez les tubes plusieurs fois avec de l'eau désionisée.
3. Laissez les tubes sécher complètement avant l'utilisation suivante.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de bore, 1 000 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 3 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de bore à 30,0 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 3,0 ml de bore à 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.

3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
41	25 mg/l B	24,2–25,8 mg/l B	2,2 mg/l B

Résumé de la méthode

Le bore est déterminé par sa réaction avec de l'acide carminique en présence d'acide sulfurique pour produire une couleur rougeâtre à bleuâtre. La quantité de couleur est directement proportionnelle à la concentration de bore dissous. La longueur d'onde de mesure est de 605 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour bore BoroVer® 3	1 sachet/1 analyse	Lot de 100	1417099
Acide sulfurique, concentré, ACS	varie	500 ml	97949
Eau désionisée	varie	100 ml	27242

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Tubes en verre, 16 x 100 mm	1	Lot de 6	2275806
Bouchons, blancs, revêtement en Teflon, pour tubes de 16 mm	2	Lot de 6	2241106
Eprouvette graduée, polypropylène, 100 ml	1	1	108142
Flacon, polyméthylpentène, bouchon à vis, 250 ml, 125 ml	1	1	2089846
Pipette, volume réglable, 0,2 à 1,0 ml	1	1	BBP078
Embouts pour pipettes de 0,2 à 1,0 ml	2	Lot de 100	BBP079
Pipette, volume réglable, 1,0 à 5,0 ml	1	1	BBP065
Embouts pour pipettes de 1,0 à 5,0 ml	1	Lot de 75	BBP068
OU			
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Pipette TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Tubes en verre, 16 x 100 mm	1	Lot de 6	2275806

Réactifs optionnels

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de bore, 1 000 mg/l en B	100 ml	191442

Accessoires optionnels

Description	Unité	Réf.
Gants, résistants aux produits chimiques, taille 10	paire	2410105
Lunettes de sécurité, standard	1	2927902
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Portoir de tube à essai, acier inoxydable	1	1864100
Pipettes à volume réglable, inclut une pipette de 0,2 à 1,0 ml et une autre de 1,0 à 5,0 ml, avec embouts	1	LZP320

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 10

Brome

DOC316.53.01011

Méthode DPD[1] **Méthode 8016**

0,05 à 4,50 mg/l Br_2 **Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®**

Cadre d'application: Analyse des résidus de brome (ce qui inclut l'hypobromite, l'acide hypobromeux et les bromamines) utilisés comme désinfectants dans les eaux de traitement, les eaux traitées, les eaux d'estuaire et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore total, 10 ml	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section
Consommables et éléments de rechange à la page 6
pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Réactif DPD pour chlore total, ampoule AccuVac®	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

Reportez-vous à la section
Consommables et éléments de rechange à la page 6
pour les informations de commande.

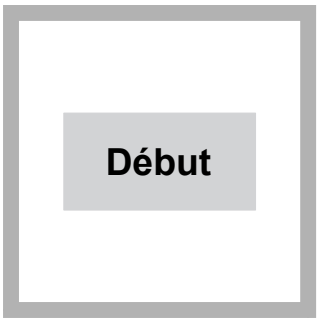
Prise d'échantillons

- Analysez les échantillons pour mesurer le brome immédiatement après leur prélèvement.
- Le Brome est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le Brome réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du brome dans l'eau.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

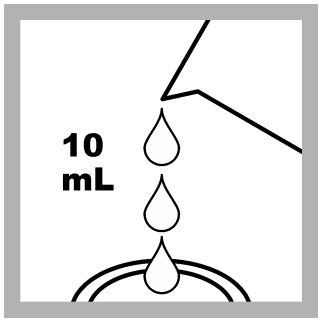
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de brome.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de brome, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

Procédure avec sachet de poudre

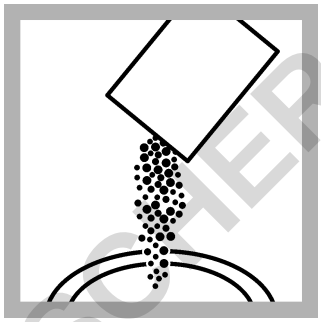


1. Lancez le programme **50 Brome**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

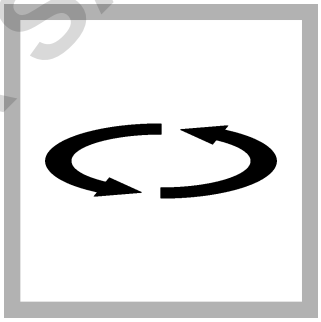
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : ajoutez le contenu d'un sachet de poudre dans la cuve d'échantillon.

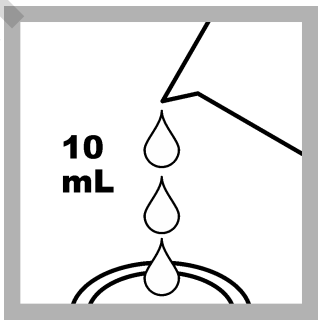


4. Faites tourner la cuve d'échantillon pendant pour assurer le mélange.
Une couleur rose se développe en présence de brome dans l'échantillon.

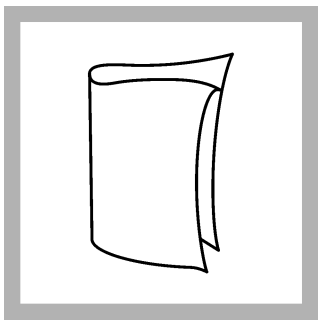


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

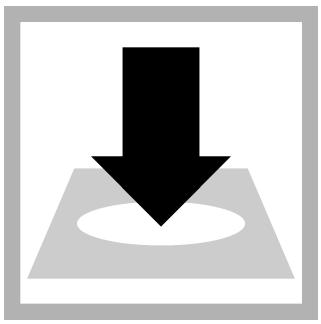
L'instrument peut être mis sur zéro avec le blanc pendant la période de réaction.



6. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

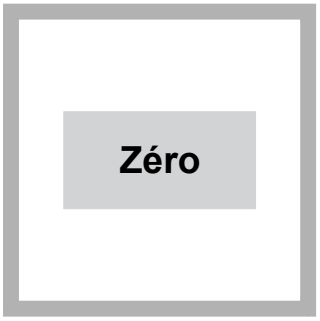


7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

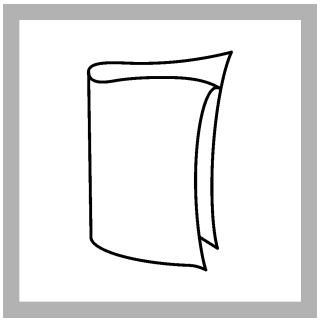


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

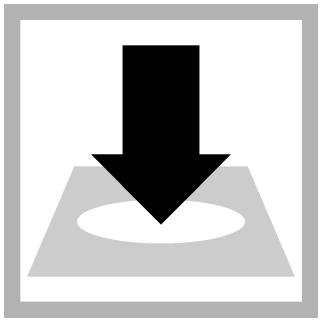
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Br_2.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

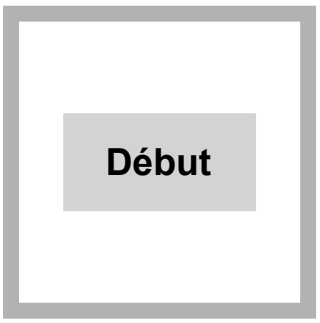


11. Sous 3 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



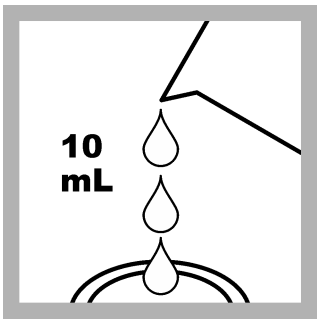
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Br_2.

Procédure avec ampoules AccuVac

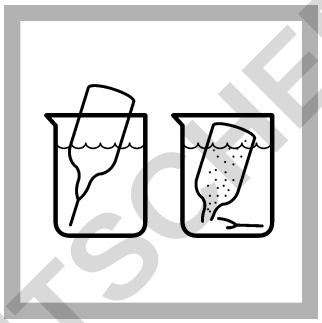


1. Lancez le programme **55 Brome AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

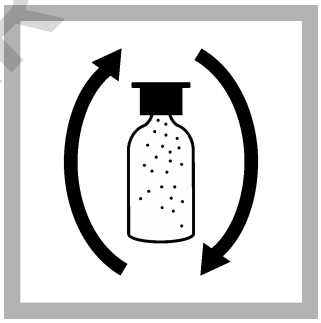
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



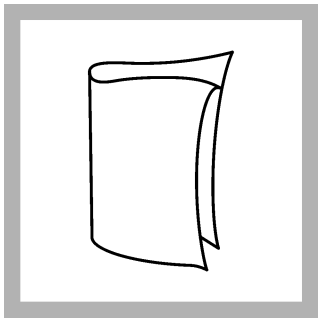
4. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.
Une couleur rose se développe en présence de brome dans l'échantillon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

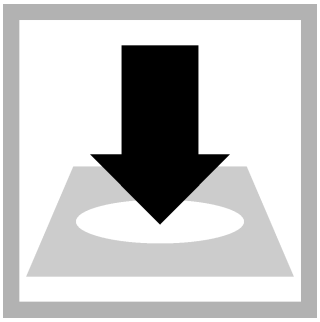


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

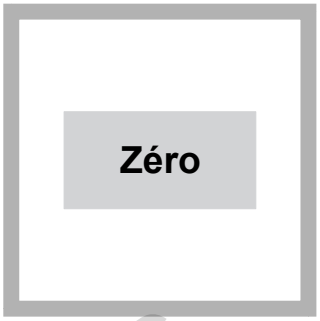
L'instrument peut être mis sur zéro avec le blanc pendant la période de réaction.



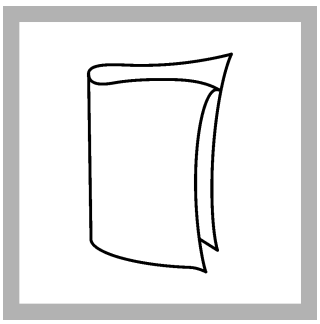
6. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



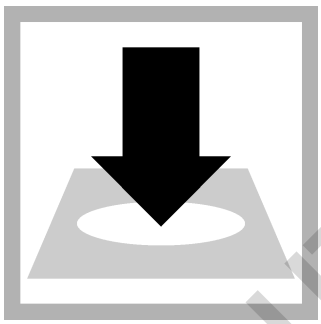
7. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Br_2.



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Sous 3 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Br_2.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Neutralisez à pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît immédiatement. Neutralisez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.
Chlore	Crée une interférence positive.
Dioxyde de chlore	Crée une interférence positive.
Chloramines organiques	Peut créer des interférences positives.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.
Iode	Crée une interférence positive.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 25 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium[1] (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de 10 ml de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du brome.
Monochloramine	Crée une interférence positive.
Ozone	Crée une interférence positive.
Peroxides	Peut créer des interférences positives.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH sur 6–7 avec de l'acide (acide sulfurique, 1 N) ou une base (hydroxyde de sodium, 1 N). Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

[1] Les échantillons qui sont traités à l'arsénite de sodium contiennent de l'arsenic et peuvent nécessiter des précautions spéciales de mise au rebut. Consultez la fiche de données de sécurité (MSDS/SDS) la plus récente pour prendre connaissance des instructions de manipulation et mise au rebut.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
50	2,80 mg/l Br_2	2,75–2,85 mg/l Br_2	0,05 mg/l Br_2
55	2,80 mg/l Br_2	2,71–2,89 mg/l Br_2	0,05 mg/l Br_2

Résumé de la méthode

Les résidus de brome réagissent avec la DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) et développent une couleur rose qui est proportionnelle à la concentration totale de brome. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore total, 10 ml	1	Lot de 100	2105669
OU			
Réactif DPD pour chlore total, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2503025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Ampoules AccuVac® pour blancs d'échantillon	Lot de 25	2677925
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore total, 10 ml	Lot de 1 000	2105628
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore total, 10 ml	Lot de 300	2105603
Réactif DPD pour chlore total, 10 ml, tube de recharge du distributeur SwifTest™	250 analyses	2105660
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Kit d'étalon secondaire SpecCheck™, chlore DPD, 0 à 2,0 mg/l	1	2635300
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Eau, sans demande de chlore	500 ml	2641549
Eau désionisée	4 l	27256

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Chloramine (mono)

DOC316.53.01015

Méthode à l'indophénol[1] **Méthode 10171**

0,04 à 4,50 mg/l Cl_2 (gamme basse) **Sachets de poudre**

Cadre d'application: Pour l'eau potable traitée à la chloramine et les eaux résiduaires chlorées. Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Brevet U.S. 6,315,950

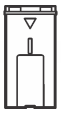
Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau indique également les paramètres qui peuvent changer d'un appareil à l'autre, tels que ceux de l'adaptateur et de la cuve d'échantillon.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Adaptateur	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000	—	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	4864302 
DR 5000	A23618	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	
DR 3900	LZV846 (A)	Le repère d'orientation est éloigné de l'utilisateur.	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	Le repère d'orientation est vers la flèche sur l'adaptateur.	
DR 900	—	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV585 (B)	Le trait de 1 cm est aligné sur la flèche de l'adaptateur.	5940506 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
En cas de forte luminosité (p. ex., rayons directs du soleil), fermez le compartiment pour cuves, le cas échéant, avec le capot de protection pendant les mesures.
Pour mesurer la chloramine (mono) et l'ammoniac libre sur le même échantillon, utilisez la méthode 10200 azote, ammoniac libre et chloramine (mono).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachets de réactif F pour monochloramine	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Analysez les échantillons immédiatement après leur prise.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres.
- Ouvrez la vanne ou le détendeur d'échantillon et laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes.
- Rincez le flacon plusieurs fois avec l'échantillon en laissant ce dernier déborder à chaque fois. Ensuite, bouchez le récipient sans laisser d'espace (air) au-dessus de l'échantillon.

Temps de développement de la couleur

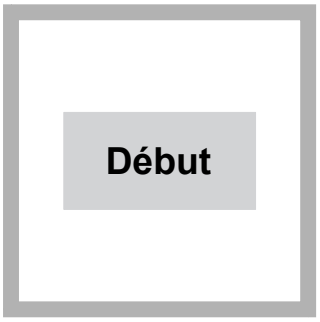
Les résultats d'analyse varient fortement en fonction de la température de l'échantillon. Les temps de réaction de la procédure concernent les échantillons entre 18 et 20 ºC (64 à 68 ºF). Réglez les temps de réaction en fonction de la température de l'échantillon, comme indiqué dans le Tableau 2. La couleur reste stable pendant un maximum de 15 minutes après le temps de développement spécifié.

Tableau 2 Temps de développement de la couleur

Température d'échantillon (°C)	Température d'échantillon (°F)	Temps de développement (minutes)
5	41	10
7	45	9
9	47	8
10	50	8
12	54	7
14	57	7
16	61	6
18	64	5
20	68	5
23	73	2,5
25	77	2
> 25	> 77	2

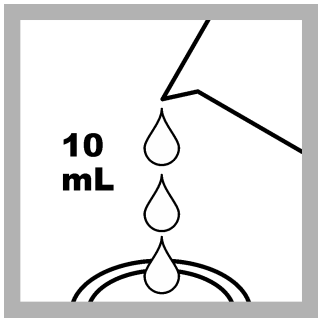
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Méthode à l'indophénol, sachets de poudre

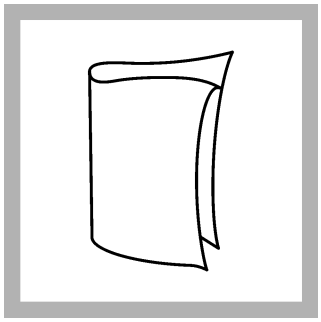


1. Lancez le programme **66, Monochloramine LR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

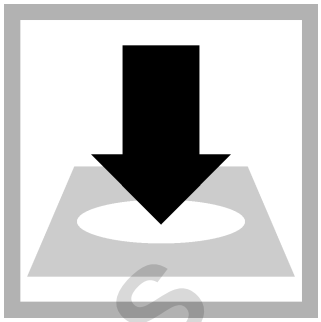
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



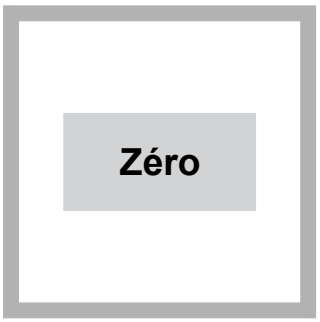
2. Remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



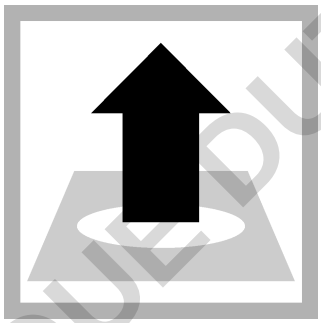
3. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



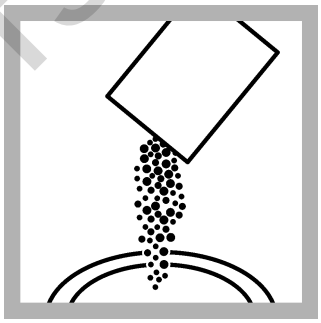
4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



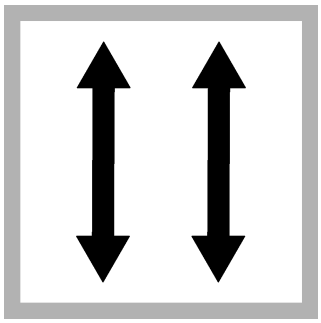
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cl_2.



6. Retirez la cuve d'échantillon du porte-cuve.



7. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de Monochlore F dans la cuve d'échantillon.



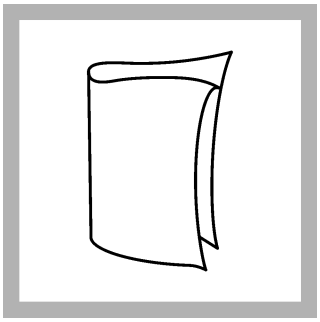
8. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez la cuve d'échantillon pendant environ **20 secondes** pour dissoudre le réactif.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

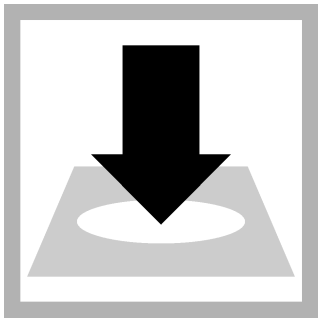


9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.

Pour les échantillons d'une température inférieure à 18 °C, reportez-vous au Tableau 2 à la page 2.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



11. A la fin de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

Interférences

Le Tableau 3 indique les substances qui ne provoquent pas d'interférences jusqu'aux niveaux indiqués. Le Tableau 4 propose des solutions de traitement des interférences.

Tableau 3 Substances non interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Alanine	1 mg/l N
Aluminium	10 mg/l Al
Bromure	100 mg/l Br^-
Brome	15 mg/l Br_2
Calcium	1 000 mg/l en $CaCO_3$
Chlorure	18 000 mg/l Cl^-
Dioxyde de chlore	5 mg/l ClO_2
Chrome (III)	5 mg/l Cr^{3+}
Cuivre	10 mg/l Cu
Cyanure	10 mg/l CN^-
Dichloramine	10 mg/l en Cl_2
Fluor	5 mg/l F^-
Chlore libre	10 mg/l Cl_2
Glycine	1 mg/l N
Fer (II)	10 mg/l Fe^{2+}
Fer (III)	10 mg/l Fe^{3+}
Plomb	10 mg/l Pb
Nitrate	100 mg/l N
Nitrite	50 mg/l N
Phosphate	100 mg/l PO_4
Silice	100 mg/l SiO_2
Sulfate	2 600 mg/l SO_4^{2+}

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 3 Substances non interférentes (suite)

Substance interférente	Niveau d'interférence
Sulfite	50 mg/l SO_3^{2-}
Tyrosine	1 mg/l N
Urée	10 mg/l N
Zinc	5 mg/l Zn

Tableau 4 Substances interférentes

Substance	Effet	Niveau d'interférence	Traitement recommandé
Magnésium	+	Au-dessus de 400 mg/l $CaCO_3$	Avant l'analyse, ajoutez 5 gouttes de solution de sel de Rochelle. OU : exécutez le test de gamme haute.
Manganèse (+7)	–	Au-dessus de 3 mg/l	Utilisez le test de gamme haute tolérant jusqu'à 10 mg/l.
Ozone	–	Au-dessus de 1 mg/l	Normalement non présent avec la monochloramine.
Sulfure	+	Une couleur « rouille » se forme en cas de présence.	Normalement non présent avec la monochloramine.
Thiocyanate	–	Au-dessus de 0,5 mg/l	Cette méthode tolère jusqu'à 2 mg/l.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Eléments à réunir :

- Sachet de poudre tampon, pH 8,3
- Azote, solution étalon d'ammoniaque, 100 mg/l en NH_3–N
- Ampoules de solution au chlore, 50 à 70 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Eprouvette graduée de 50 ml
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Pipettes, jaugées, 2 ml classe A et Mohr, 5 ml
- Pro-pipette
- Eau sans composés organiques

1. Préparez un étalon de monochloramine de 4,5 mg/l (en Cl_2) juste avant l'utilisation de la façon suivante.
   a. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre tampon, pH 8,3, à environ 50 ml d'eau exempte de composés organiques dans un flacon jaugé propre de 100 ml, classe A. Faites tourner pour dissoudre la poudre.
   b. Utilisez une pipette jaugée de classe A pour ajouter 2,00 ml d'azote, de solution étalon d'ammoniaque, 100 mg/l en NH_3–N dans le flacon.
   c. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau exempte de composés organiques. Mélangez bien. Il s'agit d'un étalon d'ammoniaque tamponné de 2,00 mg/l.
   d. Utilisez une éprouvette graduée pour ajouter 50,00 ml d'étalon d'ammoniaque tamponné dans un bécher propre de 100 ml. Ajoutez un agitateur.
   e. Recherchez la concentration exacte des ampoules de solution de chlore 50 à 70 mg/l en vous basant sur l'étiquette de l'emballage.
   f. Calculez le volume de solution de chlore à ajouter à l'étalon d'ammoniaque : ml de solution de chlore requise = 455/(concentration de chlore libre).
   g. Ouvrez une ampoule et utilisez une pipette de Mohr en verre pour ajouter lentement la quantité calculée de solution de chlore dans l'étalon d'ammoniaque, dans le bécher. Placez le bécher sur une plaque d'agitation et remuez à vitesse modérée pendant l'ajout du chlore.

h. Agitez la solution de monochloramine pendant 1 minute après avoir ajouté la solution de chlore.

i. Transférez quantitativement la solution de monochloramine dans un flacon jaugé propre de 100 ml, classe A. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau sans composants organiques et mélangez. Il s'agit d'un étalon de monochloramine nominal de 4,5 mg/l (en Cl_2).

2. Utilisez cet étalon moins d'une heure après sa préparation. Mesurez la concentration de la solution étalon de monochloramine comme décrit dans la procédure.

3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
66	2,60 mg/l Cl_2	2,58–2,62 mg/l Cl_2	0,04 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

En présence d'un catalyseur cyanoferreux, la monochloramine (NH_2Cl) de l'échantillon réagit avec un phénol substitué pour former un composé mono-imine intermédiaire. Le composé intermédiaire s'associe à l'excès de phénol substitué pour former de l'indophénol de couleur verte, qui est proportionnel à la quantité de monochloramine présente dans l'échantillon. La longueur d'onde de mesure est de 655 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de réactif F pour monochloramine	1	Lot de 50	2802246

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Sachets de poudre tampon, pH 8,3	Lot de 25	89868
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020
Solution étalon d'azote ammoniacal, 100 mg/l en NH_3–N	500 ml	2406549
Azote, solution étalon d'ammoniaque, 1 000 mg/l NH_3–N	1 l	2354153
Eau, sans composés organiques	500 ml	2641549

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Bécher en verre, 100 ml	1	50042H
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Sachets de poudre de réactif F pour monochloramine	Lot de 100	2802299
Kit SpecCheck™ monochloramine/ammoniaque libre	1	2507500
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pipette, Mohr, verre, 5 ml	1	2093437
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Pipette, jaugée, classe A, 2 ml	1	1451536
Pipette, jaugée, classe A, 50 ml	1	1451541
Solution de sel de Rochelle	29 ml	172533
Ciseaux	1	2369400
Barre d'agitation, octogonale	1	2095352
Barre d'agitation, magnétique	1	2881200
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Chloramine (mono) et azote, ammoniaque libre

DOC316.53.01016

Méthode à l'indophénol[1] **Méthode 10200**

0,04 à 4,50 mg/l Cl_2 **Sachets de poudre**

0,01 à 0,50 mg/l NH_3–N

Cadre d'application: Détermination de l'ammoniac libre et de la monochloramine simultanément dans l'eau finie contenant de la chloramine. Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Brevet U.S. 6,315,950

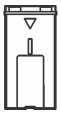
Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau indique également les paramètres qui peuvent changer d'un appareil à l'autre, tels que ceux de l'adaptateur et de la cuve d'échantillon.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Adaptateur	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000	—	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	4864302 
DR 5000	A23618	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	
DR 3900	LZV846 (A)	Le repère d'orientation est éloigné de l'utilisateur.	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	Le repère d'orientation est vers la flèche sur l'adaptateur.	
DR 900	—	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV585 (B)	Le trait de 1 cm est aligné sur la flèche de l'adaptateur.	5940506 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
En cas de forte luminosité (p. ex., rayons directs du soleil), fermez le compartiment pour cuves, le cas échéant, avec le capot de protection pendant les mesures.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

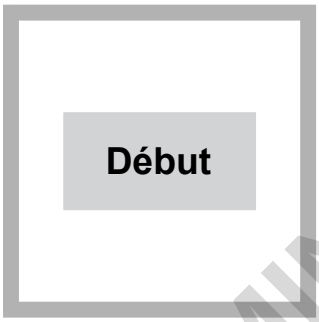
Description	Quantité
Solution de réactif pour ammoniaque libre	1 goutte
Sachets de réactif F pour monochloramine	2
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consumables and replacement items 01015 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

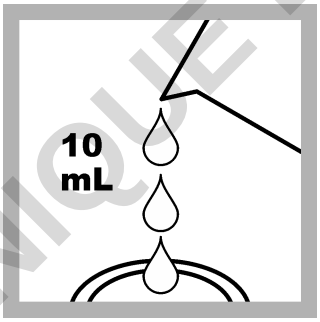
- Analysez les échantillons immédiatement après leur prise.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres.
- Ouvrez la vanne ou le détendeur d'échantillon et laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes.
- Rincez le flacon plusieurs fois avec l'échantillon en laissant ce dernier déborder à chaque fois. Ensuite, bouchez le récipient sans laisser d'espace (air) au-dessus de l'échantillon.

Procédure avec sachet de poudre

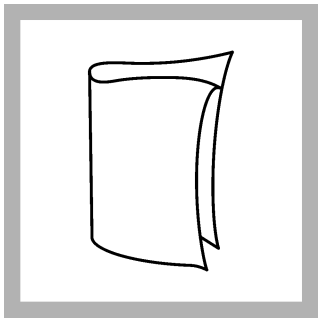


1. Lancez le programme **66, Monochloramine LR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

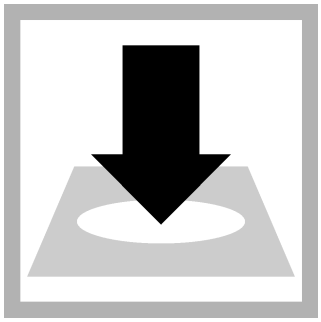
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Remplissez deux cuves d'échantillon jusqu'au repère des 10 ml avec l'échantillon. Ecrivez **Ammoniaque libre** sur une cuve d'échantillon. Ecrivez **Monochloramine** sur la deuxième cuve d'échantillon.

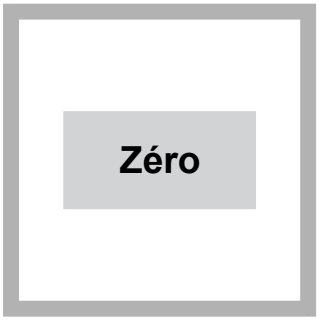


3. Nettoyez la cuve d'échantillon de **monochloramine**.

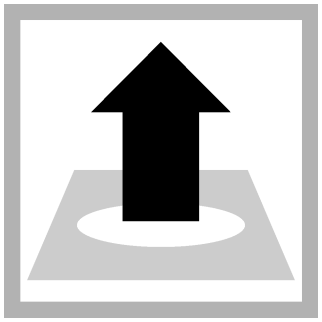


4. Insérez la cuve d'échantillon de **monochloramine** dans le porte-cuve.

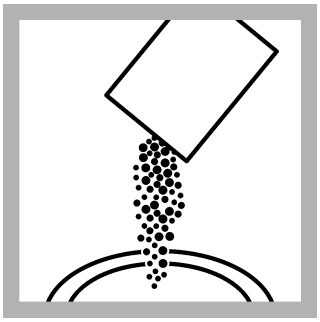
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



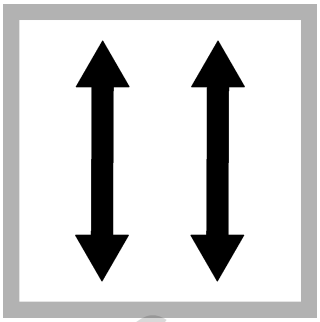
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cl_2.



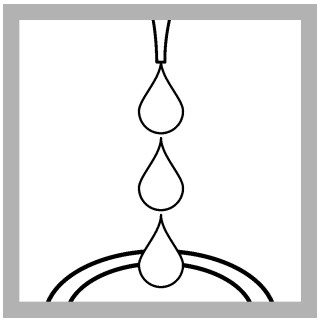
6. Retirez la cuve d'échantillon du porte-cuve.



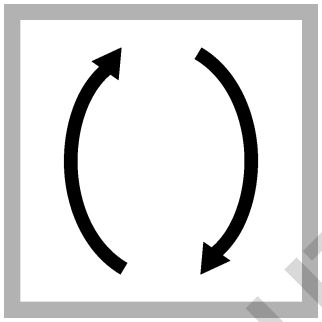
7. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif Monochlore F dans l'échantillon pour la mesure de la monochloramine.



8. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez la cuve d'échantillon pendant environ **20 secondes** pour dissoudre le réactif. Une couleur verte se développe en présence de monochloramine.



9. Ajoutez **une** goutte de solution de réactif pour ammoniaque libre dans la cuve d'échantillon afin de mesurer l'**ammoniaque libre**.
Fermez le flacon de réactif afin de préserver sa stabilité.

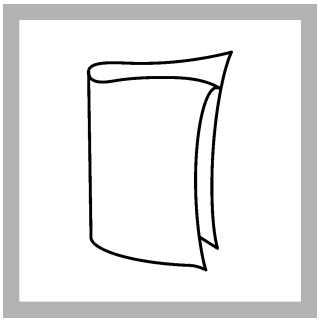


10. Fermez la cuve d'échantillon d'**ammoniaque libre**. Retournez la cuve d'échantillon pour mélanger le réactif.
Si l'échantillon devient trouble avant la fin de la période de réaction, prétraitez l'échantillon et recommencez l'analyse. Reportez-vous à la Interférences à la page 5.



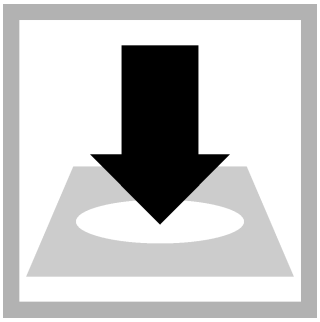
11. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.

Pour les échantillons d'une température inférieure à 18 °C, reportez-vous au Tableau 2 à la page 5.



12. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de **monochloramine**.

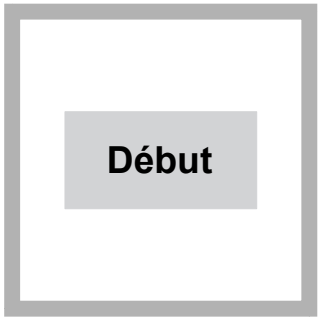
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



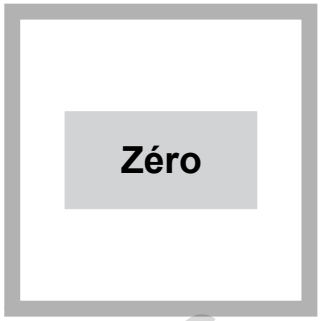
13. Insérez la cuve d'échantillon de **monochloramine** dans le porte-cuve.



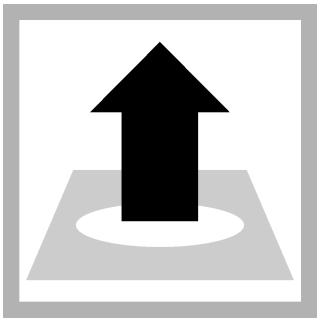
14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.



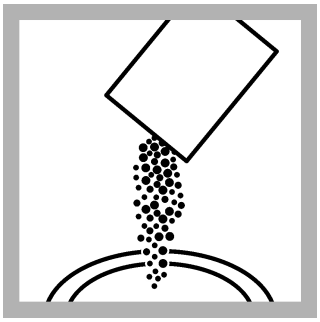
15. Quittez le programme 66. Lancez le programme **388 N, Ammonia Free**.



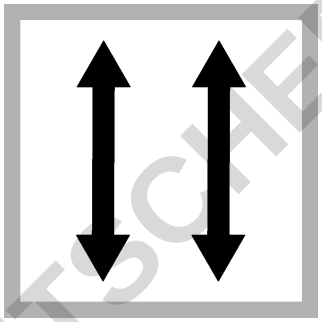
16. Laissez la cuve d'échantillon de **monochloramine** dans le porte-cuve. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l NH_3–N f.



17. Retirez la cuve d'échantillon de monochloramine du porte-cuve.



18. Une fois le temps de réaction de l'étape 11 écoulé, ajoutez le contenu d'un sachet de poudre Monochlore F dans la cuve d'échantillon contenant l'ammoniaque libre.

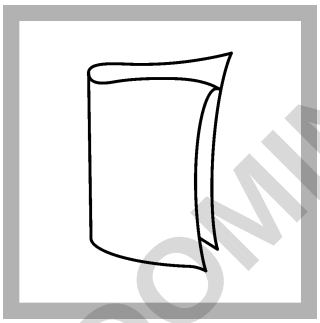


19. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez la cuve d'échantillon pendant environ **20 secondes** pour dissoudre le réactif. Une couleur verte se développe en présence de monochloramine.

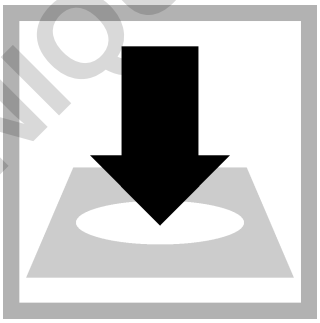


20. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.

Pour les échantillons d'une température inférieure à 18 °C, reportez-vous au Tableau 2 à la page 5.



21. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon d'**ammoniaque libre**.



22. Insérez la cuve d'échantillon d'**ammoniaque libre** dans le porte-cuve.



23. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Les résultats sont exprimés en mg/l NH_3–N f.

Temps de développement de la couleur

Les résultats d'analyse varient fortement en fonction de la température de l'échantillon. Les temps de réaction de la procédure concernent les échantillons entre 18 et 20 ºC (64 à 68 ºF). Réglez les temps de réaction en fonction de la température de l'échantillon,

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

comme indiqué dans le Tableau 2. La couleur reste stable pendant un maximum de 15 minutes après le temps de développement spécifié.

Tableau 2 Temps de développement de la couleur

Température d'échantillon (°C)	Température d'échantillon (°F)	Temps de développement (minutes)
5	41	10
7	45	9
9	47	8
10	50	8
12	54	7
14	57	7
16	61	6
18	64	5
20	68	5
23	73	2,5
25	77	2
> 25	> 77	2

Interférences

Cette méthode est conçue pour les échantillons d'eau potable finis et chlorés avec un résidu mesurable combiné (total) de désinfectant au chlore. Les analyses d'échantillons qui n'ont pas de résidus de désinfectant ou présentant une demande en chlore peuvent afficher un taux faible d'ammoniaque. Les blancs et les étalons d'ammoniaque qui sont analysés sans résidu de désinfectant doivent être préparés avec de l'eau pour réactif d'excellente qualité.

Les substances répertoriées dans le Tableau 3 n'interfèrent pas avec la détermination d'ammoniaque libre à un niveau inférieur ou égal à la concentration donnée.

Tableau 3 Substances non interférentes

Substance	Niveau maximum testé
Al	0,2 mg/l
Cl^-	1 200 mg/l
Cu	1 mg/l
Fe	0,3 mg/l
Mn	0,05 mg/l
NO_3^-–N	10 mg/l
NO_2^-–N	1 mg/l
PO_4^{3-}	2 mg/l
SiO_2	100 mg/l
SO_4^{2-}	1 600 mg/l
Zn	5 mg/l

Les échantillons qui cumulent des niveaux élevés de dureté totale et d'alcalinité peuvent devenir troubles en cas d'ajout de la solution de réactif pour ammoniaque libre. Dans ce cas et avant la fin de la première période de réaction, l'échantillon pour la mesure de l'ammoniaque libre doit être prétraité de la façon suivante :

1. Mesurez 10 ml d'échantillon dans la cuve d'échantillon d'analyse d'ammoniaque libre.
2. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif de traitement de la dureté dans l'échantillon.
3. Serrez le bouchon de la cuve d'échantillon et retournez-la jusqu'à ce que le réactif soit dissous.
4. Retirez le bouchon.
5. Utilisez l'échantillon prétraité provenant de la procédure d'analyse de l'échantillon d'ammoniaque libre.

Remarque : *l'échantillon de mesure de la monochloramine ne nécessite pas de prétraitement.*

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Eléments à réunir :

- Sachet de poudre tampon, pH 8,3
- Azote, solution étalon d'ammoniaque, 100 mg/l en NH_3–N
- Ampoules de solution au chlore, 50 à 70 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Eprouvette graduée de 50 ml
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Pipettes, jaugées, 2 ml classe A et Mohr, 5 ml
- Pro-pipette
- Eau sans composés organiques

1. Préparez un étalon de monochloramine de 4,5 mg/l (en Cl_2) juste avant l'utilisation de la façon suivante.
   a. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre tampon, pH 8,3, à environ 50 ml d'eau exempte de composés organiques dans un flacon jaugé propre de 100 ml, classe A. Faites tourner pour dissoudre la poudre.
   b. Utilisez une pipette jaugée de classe A pour ajouter 2,00 ml d'azote, de solution étalon d'ammoniaque, 100 mg/l en NH_3–N dans le flacon.
   c. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau exempte de composés organiques. Mélangez bien. Il s'agit d'un étalon d'ammoniaque tamponné de 2,00 mg/l.
   d. Utilisez une éprouvette graduée pour ajouter 50,00 ml d'étalon d'ammoniaque tamponné dans un bécher propre de 100 ml. Ajoutez un agitateur.
   e. Recherchez la concentration exacte des ampoules de solution de chlore 50 à 70 mg/l en vous basant sur l'étiquette de l'emballage.
   f. Calculez le volume de solution de chlore à ajouter à l'étalon d'ammoniaque : ml de solution de chlore requise = 455/(concentration de chlore libre).
   g. Ouvrez une ampoule et utilisez une pipette de Mohr en verre pour ajouter lentement la quantité calculée de solution de chlore dans l'étalon d'ammoniaque, dans le bécher. Placez le bécher sur une plaque d'agitation et remuez à vitesse modérée pendant l'ajout du chlore.
   h. Agitez la solution de monochloramine pendant 1 minute après avoir ajouté la solution de chlore.
   i. Transférez quantitativement la solution de monochloramine dans un flacon jaugé propre de 100 ml, classe A. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau sans composants organiques et mélangez. Il s'agit d'un étalon de monochloramine nominal de 4,5 mg/l (en Cl_2).
2. Utilisez cet étalon moins d'une heure après sa préparation. Mesurez la concentration de la solution étalon de monochloramine comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal, 10 mg/l NH_3-N
- Eprouvettes de mélange, 50 ml
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,3, 0,6 et 1,0 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 50 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal, 10 mg/l NH_3-N
- Flacon jaugé en plastique de 100 ml avec bouchon, Classe A
- Pipette jaugée de 2 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée sans ammoniac, chlore et demande en chlore, par exemple de l'eau à 18 MΩ-cm provenant d'un déminéralisateur.

1. Préparez une solution étalon de azote ammoniacal (0,20 mg/l) de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 2,00 ml d'azote ammoniacal (10 mg/l) dans le flacon jaugé. *(Autre préparation : ajoutez 0,4 ml d'une solution étalon d'azote ammoniacal 50 mg/l dans le flacon jaugé.)*
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
66	2,60 mg/l Cl_2	2,58–2,62 mg/l Cl_2	0,04 mg/l Cl_2
388	0,20 mg/l NH_3–N	0,19–0,21 mg/l NH_3–N	0,01 mg/l NH_3–N

Résumé de la méthode

La monochloramine (NH_2Cl) et l'ammoniac libre (NH_3 et NH_4^+) peuvent co-exister dans le même échantillon d'eau. L'hypochlorite ajouté se combine avec l'ammoniac libre pour former de la monochloramine. En présence d'un catalyseur cyanoferreux, la monochloramine de l'échantillon réagit avec un phénol substitué pour former un composé mono-imine intermédiaire. Le composé intermédiaire s'associe à l'excès de phénol substitué pour former de l'indophénol de couleur verte, qui est proportionnel à la quantité de monochloramine présente dans l'échantillon. L'ammoniac libre est déterminé en comparant les intensités de couleur, avec ou sans ajout d'hypochlorite. La longueur d'onde de mesure est de 655 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour ammoniaque libre, inclut :	—	Lot de 50	2879700
Solution de réactif pour ammoniaque libre	1 goutte	4 ml FCGA	2877336
Sachets de réactif F pour monochloramine	2	Lot de 100	2802299

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Sachets de poudre tampon, pH 8,3	Lot de 25	89868
Solution étalon de chlore, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020
Sachets de réactif pour le traitement de la dureté	Lot de 50	2882346
Solution étalon d'azote ammoniacal, 10 mg/l NH_3–N	500 ml	15349
Solution étalon d'azote ammoniacal, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l NH_3–N	Lot de 16	1479110
Solution étalon d'azote ammoniacal, 100 mg/l en NH_3–N	500 ml	2406549
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Eau, sans composés organiques	500 ml	2641549

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Bécher, 100 ml, polypropylène	1	108042
Bécher en verre, 100 ml	1	50042H
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	2088641
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Kit de réactif pour ammoniaque libre	Lot de 250	2879701
Kit SpecCheck™ monochloramine/ammoniaque libre	1	2507500
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Pipette, Mohr, verre, 10 ml	1	2093438
Pipette, jaugée, classe A, 2 ml	1	1451536
Pipette, jaugée, classe A, 50 ml	1	1451541
Ciseaux	1	2883100
Barre d'agitation, octogonale	1	2095352
Barre d'agitation, magnétique	1	2881200
Thermomètre, -10 à 110 °C	1	187701
Racleurs, amovibles	Lot de 280	2097000

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Chloramine (mono)

DOC316.53.01014

Méthode à l'indophénol[1] — Méthode 10172

0,1 à 10,0 mg/l Cl_2 (HR) — Test 'N Tube

Cadre d'application: Pour l'eau potable traitée à la chloramine et les eaux résiduaires chlorées. Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Brevet en instance

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

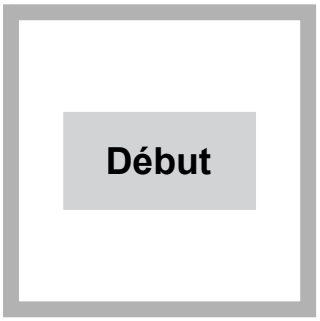
Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Tubes de dilution de la monochloramine, gamme haute	1
Sachets de poudre de réactif F pour monochloramine	1
Entonnoir, micro, poly	1
Pipette, verre Mohr, 2,00 ml	1
Portoir de tubes à essai	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

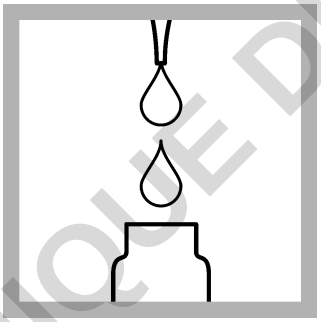
- Analysez les échantillons immédiatement après leur prise.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres.
- Ouvrez la vanne ou le détendeur d'échantillon et laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes.
- Rincez le flacon plusieurs fois avec l'échantillon en laissant ce dernier déborder à chaque fois. Ensuite, bouchez le récipient sans laisser d'espace (air) au-dessus de l'échantillon.

Procédure Test 'N Tube

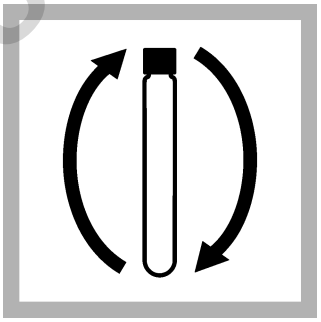


1. Lancez le programme **67, Monochloramine HR TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

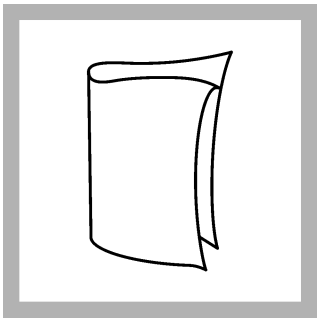
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Enlevez le bouchon du tube de un diluant de monochloramine en gamme haute. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 2,0 ml d'échantillon dans le tube..

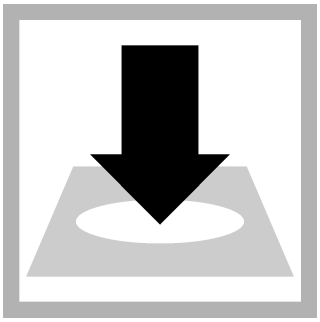


3. Bouchez le tube. Retournez pour assurer le mélange.

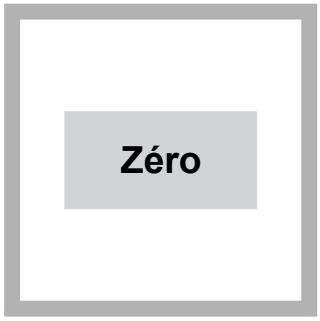


4. Nettoyez le tube.

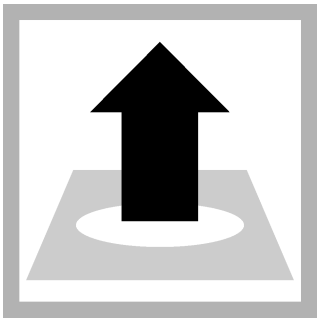
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



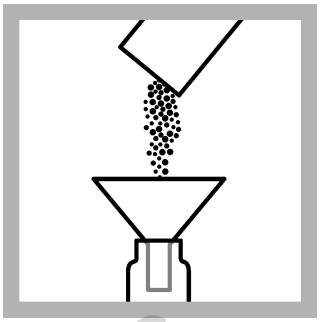
5. Insérez le tube dans le porte-cuve de 16 mm.



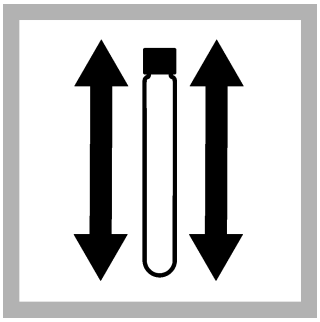
6. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cl_2.



7. Enlevez le tube du porte-cuve.



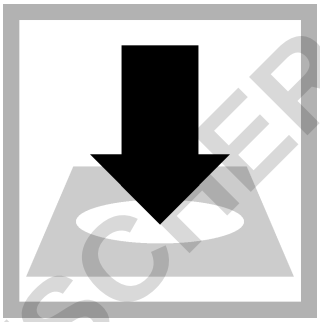
8. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de Monochlore F dans l'échantillon.



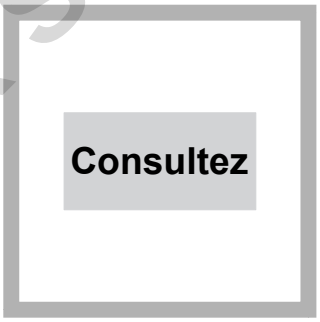
9. Bouchez le tube. Agitez le tube pendant environ 20 secondes pour dissoudre le réactif.



10. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.



11. A la fin de la minuterie, replacez le tube dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

Interférences

Le Tableau 2 indique les substances qui ne provoquent pas d'interférences jusqu'aux niveaux indiqués. Le Tableau 3 propose des solutions de traitement des interférences.

Tableau 2 Substances non interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Alanine	1 mg/l N
Aluminium	10 mg/l Al
Bromure	100 mg/l Br^-
Brome	15 mg/l Br_2
Calcium	1 000 mg/l en $CaCO_3$
Chlorure	18 000 mg/l Cl^-
Dioxyde de chlore	5 mg/l ClO_2
Chrome (III)	5 mg/l Cr^{3+}
Cuivre	10 mg/l Cu
Cyanure	10 mg/l CN^-
Dichloramine	10 mg/l en Cl_2
Fluor	5 mg/l F^-
Chlore libre	10 mg/l Cl_2
Glycine	1 mg/l N
Fer (II)	10 mg/l Fe^{2+}

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 2 Substances non interférentes (suite)

Substance interférente	Niveau d'interférence
Fer (III)	10 mg/l Fe^{3+}
Plomb	10 mg/l Pb
Magnésium	1 000 mg/l en $CaCO_3$
Manganèse (VII)	10 mg/l
Nitrate	100 mg/l N
Nitrite	50 mg/l N
Phosphate	100 mg/l PO_4
Silice	100 mg/l SiO_2
Sulfate	2 600 mg/l SO_4^{2+}
Sulfite	50 mg/l SO_3^{2-}
Tyrosine	1 mg/l N
Urée	10 mg/l N
Zinc	5 mg/l Zn

Tableau 3 Substances interférentes

Substance	Effet	Niveau d'interférence	Traitement recommandé
Ozone	–	Au-dessus de 1 mg/l	Normalement non présent avec la monochloramine.
Sulfure	+	Une couleur « rouille » se forme en cas de présence.	Normalement non présent avec la monochloramine.
Thiocyanate	–	Au-dessus de 0,5 mg/l	Cette méthode tolère jusqu'à 2 mg/l.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Eléments à réunir :

- Sachet de poudre tampon, pH 8,3
- Azote, solution étalon d'ammoniaque, 100 mg/l en NH_3–N
- Ampoules de solution au chlore, 50 à 70 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Eprouvette graduée de 50 ml
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Pipettes, jaugées, 2 ml classe A et Mohr, 5 ml
- Pro-pipette
- Eau sans composés organiques

1. Préparez un étalon de monochloramine de 4,5 mg/l (en Cl_2) juste avant l'utilisation de la façon suivante.
   a. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre tampon, pH 8,3, à environ 50 ml d'eau exempte de composés organiques dans un flacon jaugé propre de 100 ml, classe A. Faites tourner pour dissoudre la poudre.
   b. Utilisez une pipette jaugée de classe A pour ajouter 2,00 ml d'azote, de solution étalon d'ammoniaque, 100 mg/l en NH_3–N dans le flacon.
   c. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau exempte de composés organiques. Mélangez bien. Il s'agit d'un étalon d'ammoniaque tamponné de 2,00 mg/l.
   d. Utilisez une éprouvette graduée pour ajouter 50,00 ml d'étalon d'ammoniaque tamponné dans un bécher propre de 100 ml. Ajoutez un agitateur.

e. Recherchez la concentration exacte des ampoules de solution de chlore 50 à 70 mg/l en vous basant sur l'étiquette de l'emballage.

f. Calculez le volume de solution de chlore à ajouter à l'étalon d'ammoniaque : ml de solution de chlore requise = 455/(concentration de chlore libre).

g. Ouvrez une ampoule et utilisez une pipette de Mohr en verre pour ajouter lentement la quantité calculée de solution de chlore dans l'étalon d'ammoniaque, dans le bécher. Placez le bécher sur une plaque d'agitation et remuez à vitesse modérée pendant l'ajout du chlore.

h. Agitez la solution de monochloramine pendant 1 minute après avoir ajouté la solution de chlore.

i. Transférez quantitativement la solution de monochloramine dans un flacon jaugé propre de 100 ml, classe A. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau sans composants organiques et mélangez. Il s'agit d'un étalon de monochloramine nominal de 4,5 mg/l (en Cl_2).

2. Utilisez cet étalon moins d'une heure après sa préparation. Mesurez la concentration de la solution étalon de monochloramine comme décrit dans la procédure.

3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
67	5,9 mg/l Cl_2	5,6–6,2 mg/l Cl_2	0,1 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

En présence d'un catalyseur cyanoferreux, la monochloramine (NH_2Cl) de l'échantillon réagit avec un phénol substitué pour former un composé mono-imine intermédiaire. Le composé intermédiaire s'associe à l'excès de phénol substitué pour former de l'indophénol de couleur verte, qui est proportionnel à la quantité de monochloramine présente dans l'échantillon. La longueur d'onde de mesure est de 655 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Monochloramine, gamme haute, Test 'N Tubes, inclut :	—	—	2805145
Tubes de dilution de la monochloramine, gamme haute[1]	1	Lot de 50	—
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Sachet de réactif F pour monochloramine	1	Lot de 50	2802246

[1] Non vendus séparément

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pipette, Mohr, verre, 2,00 ml	1	1	2093636
Pro-pipette	1	1	1465100
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Sachets de poudre tampon, pH 8,3	Lot de 25	89868
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020
Solution étalon d'azote ammoniacal, 100 mg/l en NH_3–N	500 ml	2406549
Azote, solution étalon d'ammoniaque, 1 000 mg/l NH_3–N	1 l	2354153
Eau, sans composés organiques	500 ml	2641549

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Bécher en verre, 100 ml	1	50042H
Pince coupante	1	96800
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Kit SpecCheck™ monochloramine/ammoniaque libre	1	2507500
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pipette, Mohr, verre, 5 ml	1	2093437
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Pipette, jaugée, classe A, 2 ml	1	1451536
Pipette, jaugée, classe A, 50 ml	1	1451541
Solution de sel de Rochelle	29 ml	172533
Ciseaux	1	2369400
Barre d'agitation, octogonale	1	2095352
Barre d'agitation, magnétique	1	2881200

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

HACH®
FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Chlore libre

DOC316.53.01023

Méthode DPD de l'USEPA [1]

Méthode 8021

0,02 à 2,00 mg/l Cl_2

Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®

Cadre d'application: Analyse du chlore libre (acide hypochloreux et ion hypochlorite) dans l'eau, les eaux traitées, les estuaires et l'eau de mer. Agréée USEPA pour les rapports d'analyse de l'eau potable.[2] Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

[2] Cette procédure est équivalente à celle de l'USEPA, telle que documentée dans la publication Standard Methods 4500-Cl G pour l'eau potable.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Utilisez des cuves d'échantillon différentes pour le chlore libre et le chlore total. Si des traces d'iodure provenant du réactif pour chlore total subsistent au cours de la détermination de chlore libre, la monochloramine provoque une interférence. Il est recommandé d'utiliser des cuves d'échantillon distinctes pour les mesures de chlore libre et total.
Si le résultat de l'analyse est hors de la gamme, ou si l'échantillon vire temporairement au jaune après l'ajout de réactif, diluez l'échantillon avec un volume connu d'eau de qualité supérieure sans demande en chlore et recommencez l'analyse. La dilution peut entraîner une perte de chlore. Multipliez le résultat par le facteur de dilution. Des méthodes supplémentaires sont disponibles pour mesurer le chlore sans dilution.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Vous pouvez utiliser une ampoule AccuVac pour blancs afin de régler le zéro de l'appareil dans le cadre de la procédure d'analyse AccuVac.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.
Le distributeur SwifTest de chlore libre peut remplacer le sachet de poudre dans le cadre de la procédure d'analyse.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 10 ml	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Ampoules AccuVac de réactif au chlore libre DPD	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

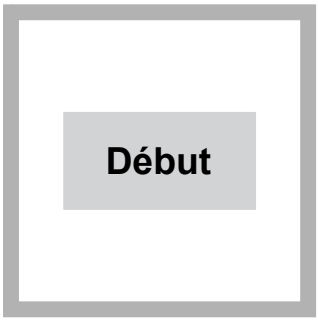
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du chlore dans l'eau.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

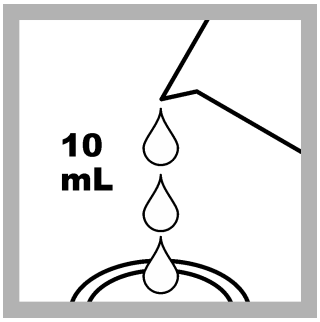
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

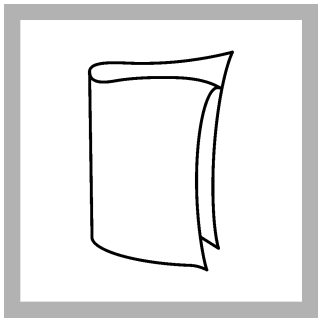


1. Lancez le programme **80 Chlorine F&T PP**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

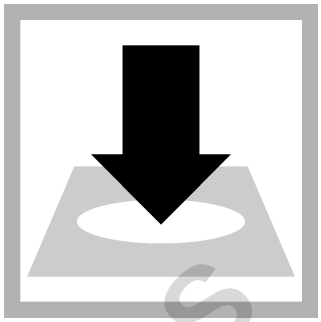
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



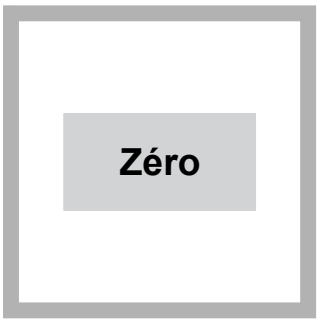
2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



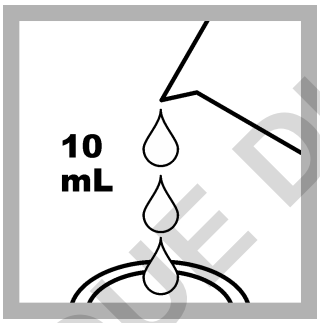
3. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



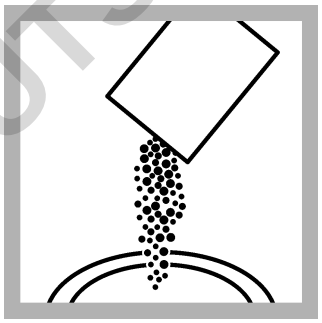
4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



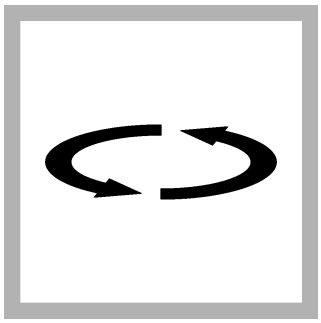
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l.



6. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

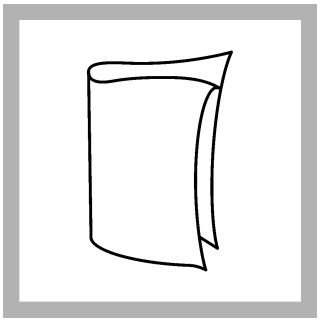


7. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre dans la cuve d'échantillon.

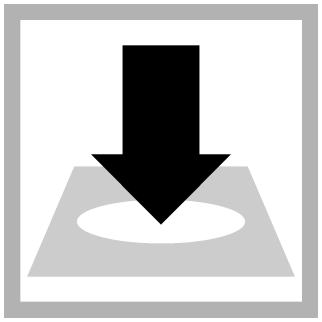


8. Faites tourner la cuve d'échantillon pendant 20 secondes pour assurer le mélange.
Une couleur rose se développe en présence de chlore. Passez immédiatement à l'étape suivante.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

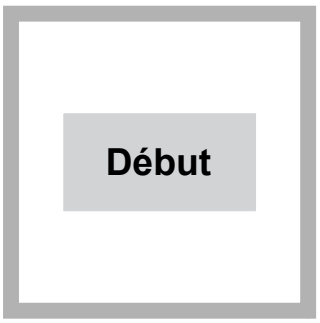


10. Sous 60 secondes à compter de l'ajout de réactif, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



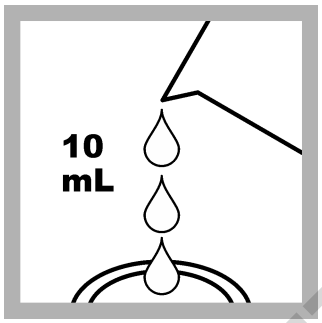
11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

Procédure avec ampoules AccuVac

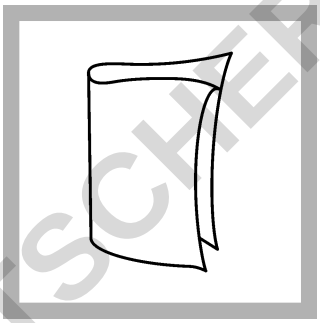


1. Lancez le programme **85 Chlorine F&T AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

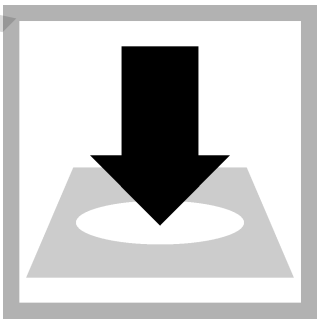
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

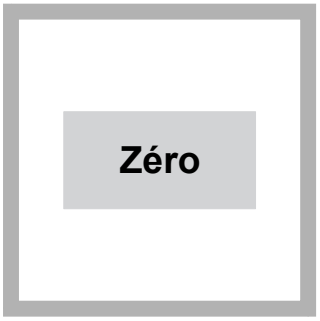


3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

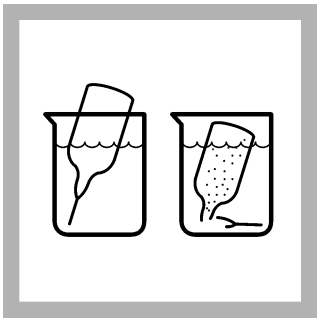


4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

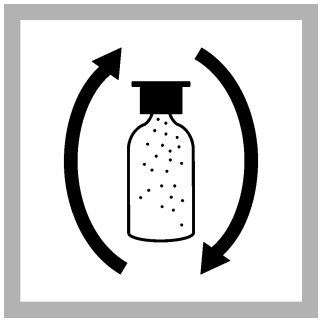
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



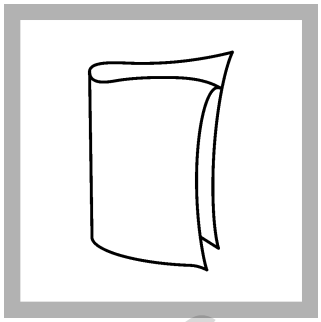
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l.



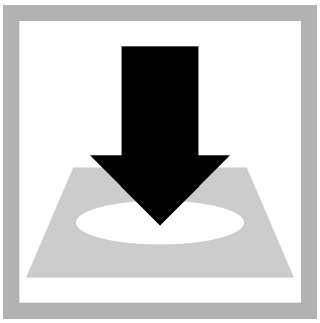
6. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



7. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.



8. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



9. Sous 60 secondes à compter de l'ajout de réactif, insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Réglez au pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Ajustez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Brome, Br_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Dioxyde de chlore, ClO_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines inorganiques	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines organiques	Peut interférer.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 10 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du chlore.
Monochloramine	Cause une dérive graduelle des relevés les plus élevés. Pour une analyse moins d'une minute après l'ajout de réactif, 3 mg/l de monochloramine entraînent une augmentation du relevé inférieure à 0,1 mg/l.
Ozone	Interférence positive à tous les niveaux.
Peroxides	Peut interférer.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH sur 6–7 avec de l'acide (acide sulfurique, 1,000 N) ou une base (hydroxyde de sodium, 1,00 N).

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 25–30 mg/l (utilisez l'indication de mg/l de l'étiquette)
- Briseur d'ampoule, ampoules PourRite
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.

   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,4, 0,8 et 1,2 ml de la solution étalon à trois nouveaux échantillons de 50 ml.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
80	1,25 mg/l Cl_2	1,23–1,27 mg/l Cl_2	0,02 mg/l Cl_2
85	1,25 mg/l Cl_2	1,21–1,29 mg/l Cl_2	0,02 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

Le chlore de l'échantillon, sous forme d'acide hypochloreux ou d'ion hypochlorite (chlore libre ou chlore libre disponible), réagit immédiatement avec le témoin DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) pour former une coloration rose proportionnelle à la concentration du chlore. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 10 ml	1	Lot de 100	2105569
OU			
Réactif DPD pour chlore libre, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2502025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Ampoules AccuVac® pour blancs d'échantillon	Lot de 25	2677925
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Eau, sans demande de chlore	500 ml	2641549
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810

Réactifs et accessoires en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 10 ml	Lot de 1 000	2105528
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 10 ml	Lot de 300	2105503
Réactif DPD pour chlore libre, 10 ml, tube de recharge du distributeur SwifTest™	250 analyses	2105560
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Kit d'étalon secondaire SpecCheck™, chlore DPD, 0 à 2,0 mg/l	1	2635300
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Chlore libre

DOC316.53.01303

Méthode DPD de l'USEPA [2] — Méthode 10245[1]

0,05 à 4,00 mg/l Cl_2 (gamme moyenne) — Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour le chlore libre (acide hypochloreux et ion hypochlorite) dans l'eau, les eaux traitées, les estuaires et l'eau de mer. Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Agréée USEPA pour les rapports d'analyse des eaux résiduaires et de l'eau potable.
[2] Cette procédure est équivalente à la méthode 330.5 de l'USEPA, telle que documentée dans la publication Standard Methods 4500-Cl G pour l'eau potable.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères propres aux cuves d'échantillon et aux adaptateurs dans le cadre du test.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000	—	2427606 
DR 5000	A23618	
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 900	—	2401906 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Utilisez des cuves d'échantillon différentes pour le chlore libre et le chlore total. Si des traces d'iodure provenant du réactif pour chlore total subsistent au cours de la détermination de chlore libre, la monochloramine provoque une interférence. Il est recommandé d'utiliser des cuves d'échantillon distinctes pour les mesures de chlore libre et total.
Si le résultat de l'analyse est hors de la gamme, ou si l'échantillon vire temporairement au jaune après l'ajout de réactif, diluez l'échantillon avec un volume connu d'eau de qualité supérieure sans demande en chlore et recommencez l'analyse. La dilution peut entraîner une perte de chlore. Multipliez le résultat par le facteur de dilution. Des méthodes supplémentaires sont disponibles pour mesurer le chlore sans dilution.

Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Les eaux froides peuvent entraîner la formation de condensation sur les parois des cuves d'échantillon pendant le développement de la couleur. Recherchez toutes traces de condensation dans les cuves d'échantillon avant les mesures.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 25 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

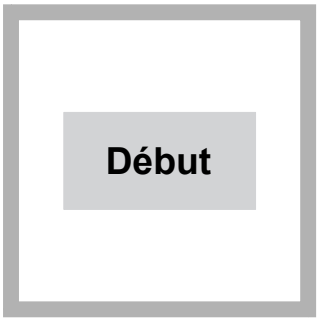
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du chlore dans l'eau.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

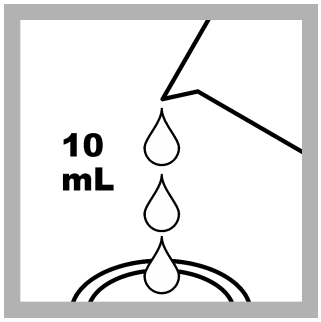
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

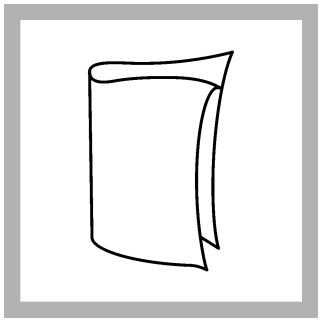


1. Lancez le programme **87 Chlorine, F&T PP MR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

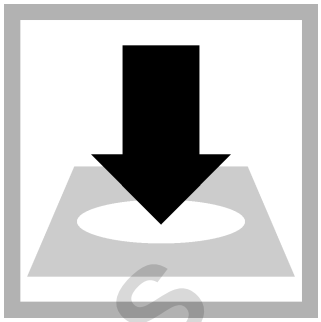
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



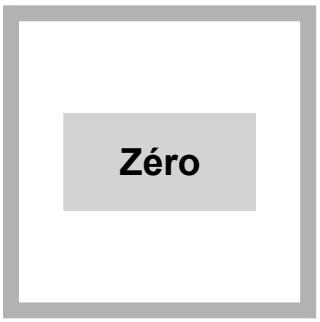
2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



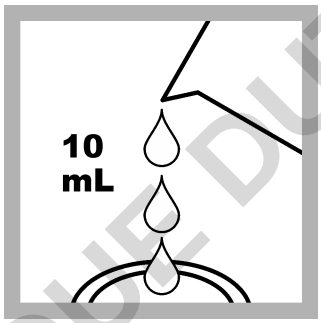
3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



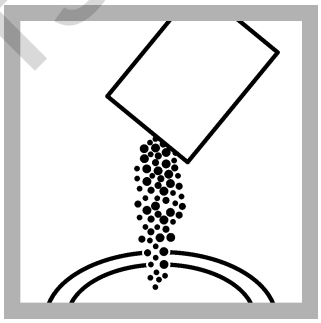
4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



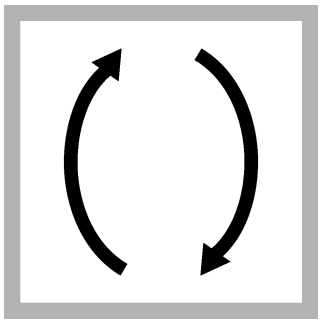
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cl_2.



6. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

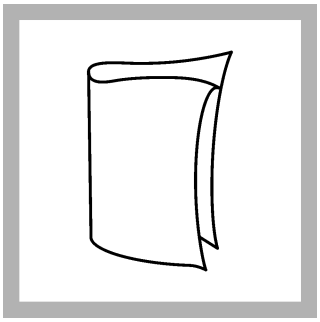


7. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre DPD pour chlore libre pour échantillon de 25 ml dans la cuve d'échantillon préparée.

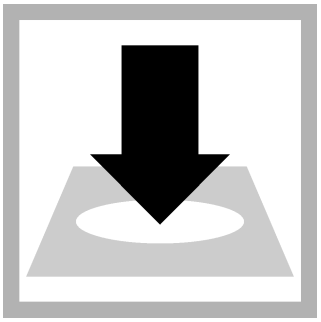


8. Bouchez la cuve d'échantillon préparée. Retournez la cuve d'échantillon plusieurs fois pour bien mélanger. Une couleur rose se développe en présence de chlore. Passez immédiatement à l'étape suivante.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



10. Sous une minute à compter de l'ajout de réactif, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Réglez au pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Ajustez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Brome, Br_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Dioxyde de chlore, ClO_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines inorganiques	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines organiques	Peut interférer.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 10 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du chlore.
Ozone	Interférence positive à tous les niveaux.
Peroxides	Peut interférer.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH sur 6–7 avec de l'acide (acide sulfurique, 1,000 N) ou une base (hydroxyde de sodium, 1,00 N).

Interférence de la monochloramine

Pour une désinfection conventionnelle au chlore libre (au-delà du « point de rupture »), les concentrations de monochloramine sont généralement très basses. Si de la monochloramine est présente dans l'échantillon, son interférence dans la mesure du

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

chlore libre dépend de la température de l'échantillon, de la concentration relative de monochloramine et de chlore libre et du temps nécessaire pour effectuer l'analyse. Les niveaux d'interférence type de la monochloramine en mg/l Cl_2 lors des analyses de chlore libre sont rassemblés dans le Tableau 2 (analyse sur 1 minute). Mesurez les niveaux de monochloramine avec la méthode 10200 pour la chloramine (mono) et l'ammoniaque libre.

Tableau 2 Interférence de la monochloramine en fonction de la température de l'échantillon

NH_2Cl (en Cl_2)	5 °C (41 °F)	10 °C (50 °F)	20 °C (68 °F)	30 °C (83 °F)
1,2 mg/l	0,15	0,19	0,30	0,29
2,2 mg/l	0,35	0,38	0,55	0,61
3,2 mg/l	0,38	0,56	0,69	0,73

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 25–30 (ou 50–75) mg/l
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Vérification des analyseurs en ligne

Cette procédure permet de se conformer à la méthode USEPA 334.0 : détermination du chlore résiduel dans l'eau potable avec un analyseur de chlore en ligne. La procédure et les critères de conformité à la méthode EPA 334.0 peuvent être téléchargés directement depuis http://www.hach.com/method334.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
89	2,68 mg/l Cl_2	2,63–2,73 mg/l Cl_2	0,03 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

Le chlore de l'échantillon, sous forme d'acide hypochloreux ou d'ion hypochlorite (chlore libre ou chlore libre disponible), réagit immédiatement avec le témoin DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) pour former une coloration rose proportionnelle à la concentration du chlore. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 25 ml	1	Lot de 100	1407099
Cuve d'échantillon, ronde, 10 ml, 25 x 60 mm	1	Lot de 6	2427606

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600
Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 25 ml	Lot de 1 000	1407028
Kit d'étalon secondaire SpecCheck™, chlore DPD, gamme moyenne	1	2980500
Eau, sans composés organiques	500 ml	2641549

Réactifs et accessoires facultatifs (suite)

Description	Unité	Réf.
Solution de réactif F pour chlore libre	50 ml (FCGA)	2964926
Sachets de poudre de réactif F pour monochloramine	Lot de 100	2802299

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 10

Chlore libre

DOC316.53.01024

Méthode DPD[1] **Méthode 10102**

0,09 à 5,00 mg/l Cl_2 **Tubes Test 'N Tube™**

Cadre d'application: Analyse des niveaux élevés de chlore libre (acide hypochloreux et ion hypochlorite) dans l'eau potable, l'eau de réfrigération et les eaux de traitement industriel. Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Réactif Test 'N Tube™ DPD pour chlore libre	1
Racleurs, amovibles	varie

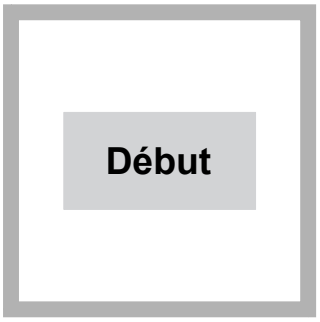
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du chlore dans l'eau.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

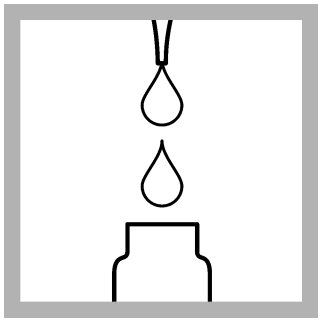
DOMINIQUE DUMSCHER SAS

Procédure Test 'N Tube

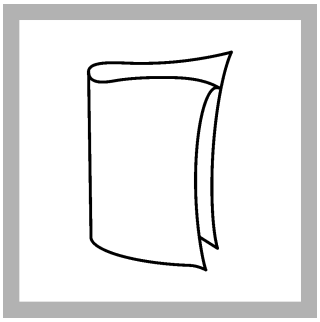


1. Lancez le programme **89 Chlorine F&T TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

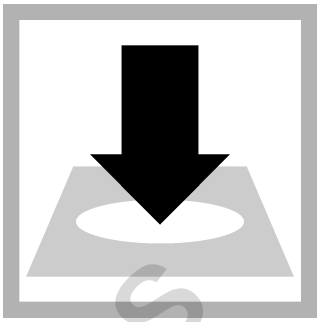
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



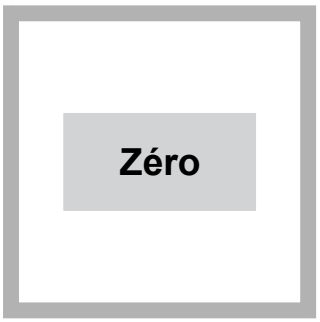
2. Préparation du blanc : remplissez un tube Test 'N Tube jusqu'en haut de l'étiquette avec l'échantillon.



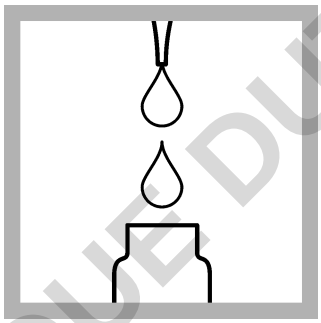
3. Nettoyez le tube de blanc.



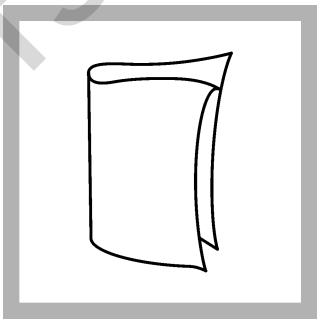
4. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.



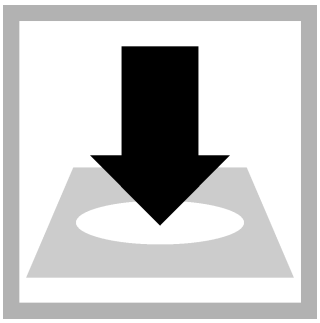
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cl_2.



6. Préparation de l'échantillon : débouchez le tube un tube Test 'N Tube DPD chlore libre. Remplissez le tube jusqu'en haut de l'étiquette avec l'échantillon.



7. Nettoyez le tube d'échantillon.



8. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



9. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Réglez au pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Ajustez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Brome, Br_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Dioxyde de chlore, ClO_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines inorganiques	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines organiques	Peut interférer.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 10 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du chlore.
Ozone	Interférence positive à tous les niveaux.
Peroxides	Peut interférer.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH sur 6–7 avec de l'acide (acide sulfurique, 1,000 N) ou une base (hydroxyde de sodium, 1,00 N).

Interférence de la monochloramine

Pour une désinfection conventionnelle au chlore libre (au-delà du « point de rupture »), les concentrations de monochloramine sont généralement très basses. Si de la monochloramine est présente dans l'échantillon, son interférence dans la mesure du chlore libre dépend de la température de l'échantillon, de la concentration relative de monochloramine et de chlore libre et du temps nécessaire pour effectuer l'analyse. Les niveaux d'interférence type de la monochloramine en mg/l Cl_2 lors des analyses de chlore libre sont rassemblés dans le Tableau 2 (analyse sur 1 minute). Mesurez les niveaux de monochloramine avec la méthode 10200 pour la chloramine (mono) et l'ammoniaque libre.

Tableau 2 Interférence de la monochloramine en fonction de la température de l'échantillon

NH_2Cl (en Cl_2)	5 °C (41 °F)	10 °C (50 °F)	20 °C (68 °F)	30 °C (83 °F)
1,2 mg/l	0,15	0,19	0,30	0,29
2,2 mg/l	0,35	0,38	0,55	0,61
3,2 mg/l	0,38	0,56	0,69	0,73

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 50–75 mg/l (utilisez l'indication de mg/l de l'étiquette)
- Briseur d'ampoule, ampoules PourRite
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
89	2,68 mg/l Cl_2	2,63–2,73 mg/l Cl_2	0,03 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

Le chlore de l'échantillon, sous forme d'acide hypochloreux ou d'ion hypochlorite (chlore libre ou chlore libre disponible), réagit immédiatement avec le témoin DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) pour former une coloration rose proportionnelle à la concentration du chlore. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Réactif Test 'N Tube™ DPD pour chlore libre	1	Lot de 50	2105545

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Portoir de tube à essai, acier inoxydable	1	1864100
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Racleurs, amovibles	Lot de 280	2097000

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Chlore libre

DOC316.53.01025

Méthode DPD[1] **Méthode 10069**

0,1 à 10,0 mg/l Cl_2 (HR) **Sachets de poudre**

Cadre d'application: Pour les déterminations des niveaux élevés de chlore libre (acide hypochloreux et ion hypochlorite) dans l'eau potable, l'eau de réfrigération et les eaux de traitement industriel. Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

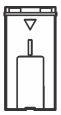
Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau indique également les paramètres qui peuvent changer d'un appareil à l'autre, tels que ceux de l'adaptateur et de la cuve d'échantillon.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Adaptateur	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000	—	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	4864302 
DR 5000	A23618	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	
DR 3900	LZV846 (A)	Le repère d'orientation est éloigné de l'utilisateur.	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	Le repère d'orientation est vers la flèche sur l'adaptateur.	
DR 900	—	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV585 (B)	Le trait de 1 cm est aligné sur la flèche de l'adaptateur.	5940506 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
En cas de forte luminosité (p. ex., rayons directs du soleil), fermez le compartiment pour cuves, le cas échéant, avec le capot de protection pendant les mesures.
Si la concentration de chlore est inférieure à 2 mg/l, appliquez la méthode 8021, programme numéro 80.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

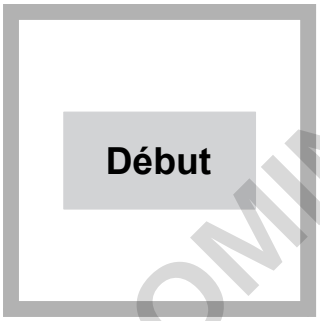
Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 25 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

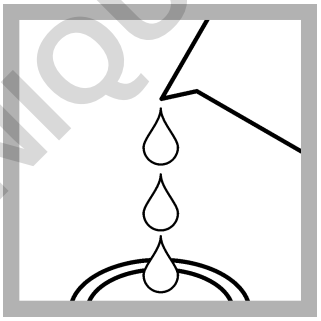
- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du chlore dans l'eau.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

Procédure avec sachet de poudre

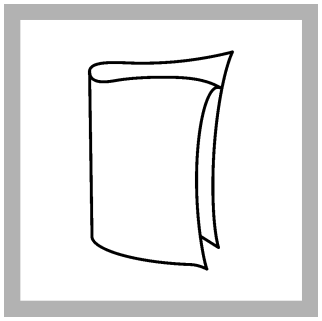


1. Lancez le programme **88 Chlorine F&T HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

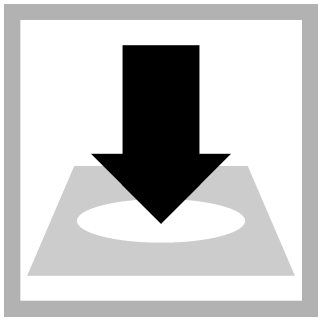
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon jusqu'au repère de 5 ml avec l'échantillon.

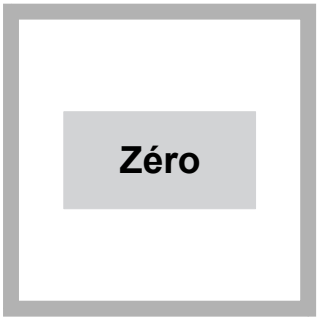


3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

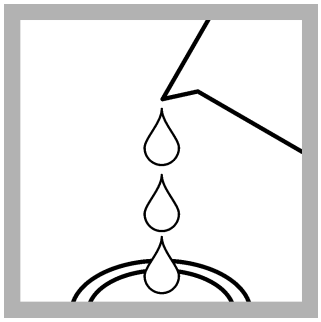


4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

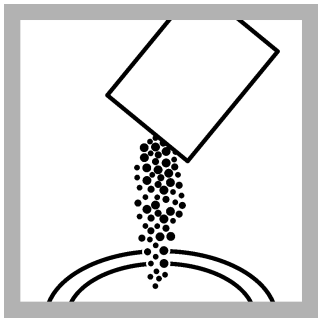
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



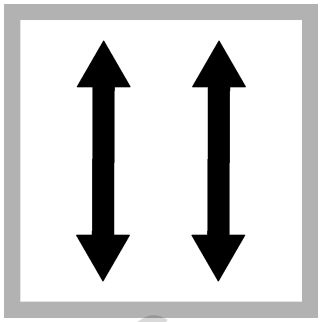
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l Cl_2.



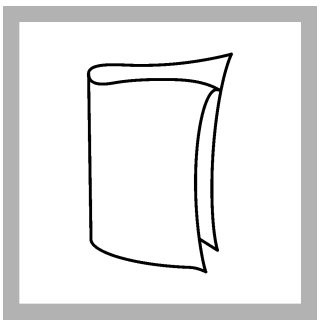
6. Préparation de l'échantillon : remplissez une deuxième cuve d'échantillon jusqu'au repère de 5 ml avec l'échantillon.



7. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre DPD pour chlore libre pour échantillons de 25 ml dans l'échantillon.



8. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez la cuve d'échantillon pendant environ 20 secondes pour dissoudre le réactif. Une couleur rose se développe en présence de chlore dans l'échantillon.



9. Nettoyez la cuve d'échantillon.



10. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Réglez au pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Ajustez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Brome, Br_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Dioxyde de chlore, ClO_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines inorganiques	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines organiques	Peut interférer.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 10 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du chlore.
Ozone	Interférence positive à tous les niveaux.
Peroxides	Peut interférer.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH sur 6–7 avec de l'acide (acide sulfurique, 1,000 N) ou une base (hydroxyde de sodium, 1,00 N).

Interférence de la monochloramine

Pour une désinfection conventionnelle au chlore libre (au-delà du « point de rupture »), les concentrations de monochloramine sont généralement très basses. Si de la monochloramine est présente dans l'échantillon, son interférence dans la mesure du chlore libre dépend de la température de l'échantillon, de la concentration relative de monochloramine et de chlore libre et du temps nécessaire pour effectuer l'analyse. Les niveaux d'interférence type de la monochloramine en mg/l Cl_2 lors des analyses de chlore libre sont rassemblés dans le Tableau 2 (analyse sur 1 minute). Mesurez les niveaux de monochloramine avec la méthode 10200 pour la chloramine (mono) et l'ammoniaque libre.

Tableau 2 Interférence de la monochloramine en fonction de la température de l'échantillon

NH_2Cl (en Cl_2)	5 °C (41 °F)	10 °C (50 °F)	20 °C (68 °F)	30 °C (83 °F)
1,2 mg/l	0,15	0,19	0,30	0,29
2,2 mg/l	0,35	0,38	0,55	0,61
3,2 mg/l	0,38	0,56	0,69	0,73

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 50–75 mg/l (utilisez l'indication de mg/l de l'étiquette)
- Briseur d'ampoule, ampoules PourRite
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 10 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 5 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
88	5,4 mg/l Cl_2	5,3–5,5 mg/l Cl_2	0,04 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

La gamme d'analyse de la méthode DPD pour le chlore libre peut être étendue en augmentant la proportion de témoin par rapport au volume d'échantillon. Ainsi, un plus gros sachet de poudre de réactif DPD pour le chlore libre est ajouté à une aliquote de 5 ml. Le chlore de l'échantillon, sous forme d'acide hypochloreux ou d'ion hypochlorite (chlore libre ou chlore libre disponible), réagit immédiatement avec le témoin DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) pour former une coloration rose proportionnelle à la concentration du chlore. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 25 ml	1	Lot de 100	1407099

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Kit d'étalon secondaire en gel SpecCheck™, chlore DPD, 0–10 mg/l	Lot de 4	2893300

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 10 ml	Lot de 1 000	2105528
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 10 ml	Lot de 300	2105503
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Portoir de tube à essai, acier inoxydable	1	1864100
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

HACH®
FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Chlore total

DOC316.53.01027

Méthode DPD de l'USEPA [1]

Méthode 8167

0,02 à 2,00 mg/l Cl_2

Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®

Cadre d'application: Analyse des résidus de chlore et chloramine dans l'eau, les eaux résiduaires, les estuaires et l'eau de mer ; agréée USEPA pour les rapports d'analyse de l'eau potable et des eaux résiduaires.[2] Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

[2] Cette procédure est équivalente à celle de l'USEPA, telle que documentée dans la publication Standard Methods 4500-Cl G pour l'analyse de l'eau potable et des eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Si le résultat de l'analyse est hors de la gamme, ou si l'échantillon vire temporairement au jaune après l'ajout de réactif, diluez l'échantillon avec un volume connu d'eau de qualité supérieure sans demande en chlore et recommencez l'analyse. La dilution peut entraîner une perte de chlore. Multipliez le résultat par le facteur de dilution. Des méthodes supplémentaires sont disponibles pour mesurer le chlore sans dilution.
Pour le contrôle de la désinfection à la chloramine, utilisez l'une des méthodes relatives à la chloramine (mono).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.
Le distributeur SwifTest de chlore total peut remplacer le sachet de poudre dans le cadre de la procédure d'analyse. Une mesure est égale à un sachet de poudre pour échantillons de 10 ml.
Vous pouvez utiliser une ampoule AccuVac pour blancs afin de régler le zéro de l'appareil dans le cadre de la procédure d'analyse AccuVac.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore total, 10 ml	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Réactif DPD pour chlore total, ampoule AccuVac®	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

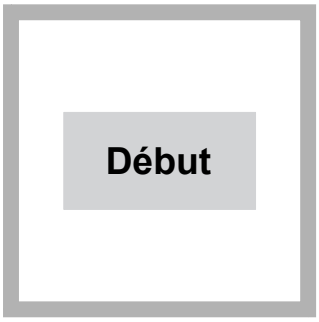
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du chlore dans l'eau.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

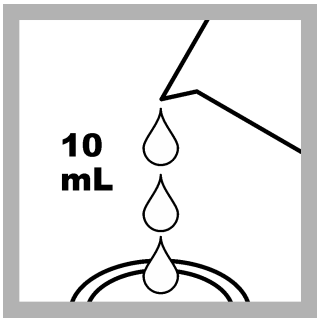
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

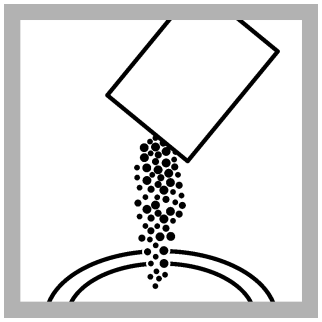


1. Lancez le programme **80 Chlorine F&T PP**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

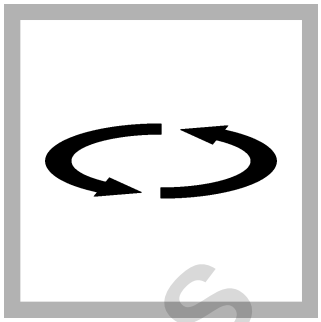
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : ajoutez le contenu d'un sachet de poudre dans la cuve d'échantillon.

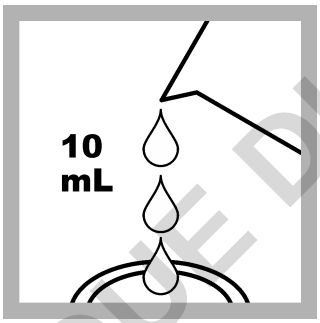


4. Faites tourner la cuve d'échantillon pendant 20 secondes pour assurer le mélange.
Une couleur rose se développe en présence de chlore dans l'échantillon.

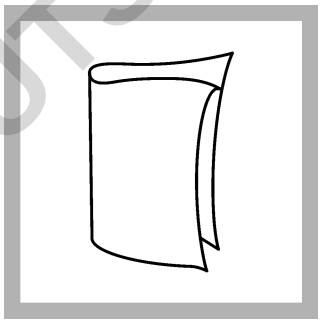


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

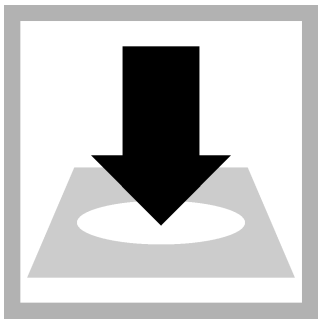
Préparez le blanc d'échantillon et réglez le zéro de l'instrument pendant la période de réaction.



6. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

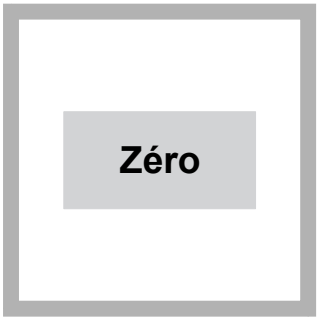


7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

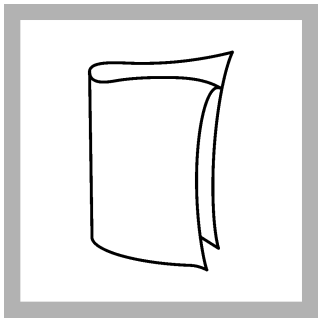


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

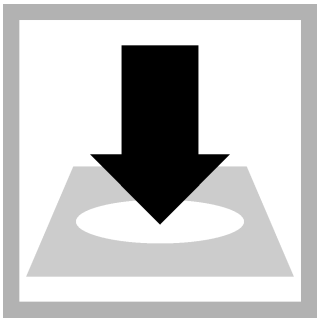
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cl_2.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

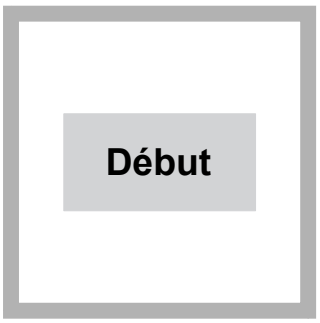


11. Sous 3 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



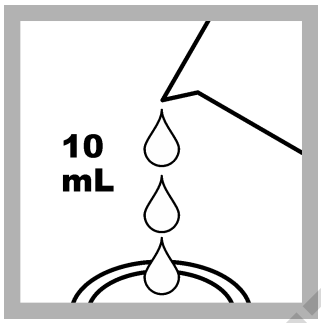
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

Procédure avec ampoules AccuVac

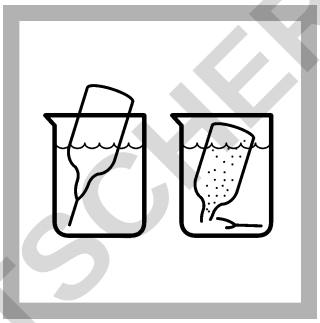


1. Lancez le programme **85 Chlorine F&T AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

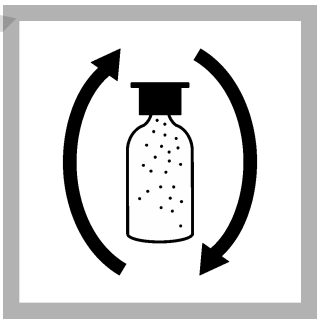
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



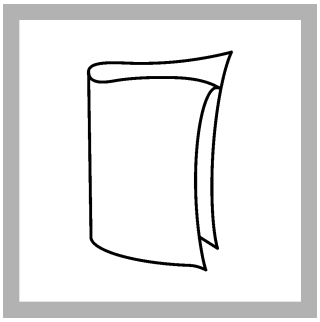
4. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

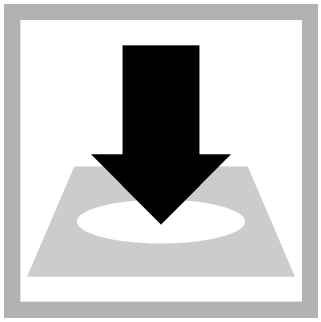


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

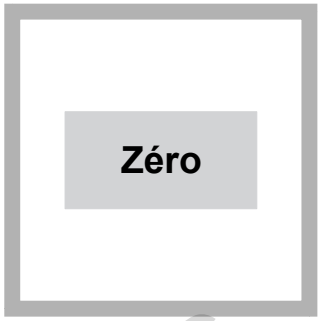
Préparez le blanc d'échantillon et réglez le zéro de l'instrument pendant la période de réaction.



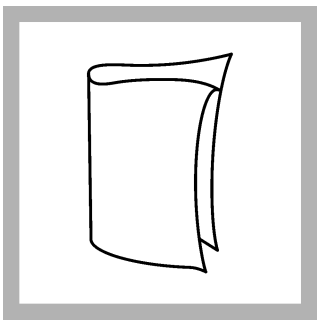
6. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



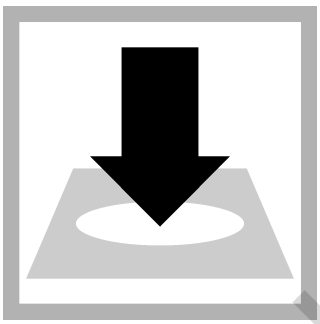
7. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cl_2.



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Sous 3 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Réglez au pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Ajustez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Brome, Br_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Dioxyde de chlore, ClO_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines inorganiques	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines organiques	Peut interférer.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 10 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du chlore.
Ozone	Interférence positive à tous les niveaux.
Peroxides	Peut interférer.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH sur 6–7 avec de l'acide (acide sulfurique, 1,000 N) ou une base (hydroxyde de sodium, 1,00 N).

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 25–30 mg/l (utilisez l'indication de mg/l de l'étiquette)
- Briseur d'ampoule, ampoules PourRite
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.

   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,4, 0,8 et 1,2 ml de la solution étalon à trois nouveaux échantillons de 50 ml.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
80	1,25 mg/l Cl_2	1,23–1,27 mg/l Cl_2	0,02 mg/l Cl_2
85	1,25 mg/l Cl_2	1,21–1,29 mg/l Cl_2	0,02 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

Le chlore présent dans l'eau peut être sous forme de chlore libre ou combiné. Ces deux formes peuvent coexister dans la même eau et être déterminées ensemble en tant que chlore total. Le chlore libre est présent sous forme d'acide hypochloreux et/ou d'ion hypochlorite. Le chlore combiné existe sous forme de monochloramine, dichloramine, trichlorure d'azote et autres dérivés du chlore. Le chlore combiné oxyde l'iodure du réactif en iode. L'iode et le chlore libre réagissent avec la DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) et développent une couleur rose qui est proportionnelle à la concentration totale de chlore.

Pour trouver la concentration de chlore combiné, procédez à des analyses de chlore libre et de chlore total. Soustrayez les résultats de l'analyse de chlore libre des résultats de l'analyse de chlore total pour obtenir la concentration de chlore combiné. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore total, 10 ml	1	Lot de 100	2105669
OU			
Réactif DPD pour chlore total, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2503025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Ampoules AccuVac® pour blancs d'échantillon	Lot de 25	2677925
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Eau, sans demande de chlore	500 ml	2641549
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore total, 10 ml	Lot de 1 000	2105628
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore total, 10 ml	Lot de 300	2105603
Réactif DPD pour chlore total, 10 ml, tube de recharge du distributeur SwifTest™	250 analyses	2105660
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Kit d'étalon secondaire SpecCheck™, chlore DPD, 0 à 2,0 mg/l	1	2635300
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Eau désionisée	4 l	27256

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Chlore total, gamme moyenne

DOC316.53.01304

USEPA[1] Méthode DPD[2] **Méthode 10250**

0,05 à 4,00 mg/l Cl_2 (gamme moyenne) **Sachets de poudre**

Cadre d'application: Analyse des résidus de chlore et de chloramine dans l'eau, les eaux résiduaires, les estuaires et l'eau de mer ; agréée USEPA pour les rapports d'analyse de l'eau potable et des eaux résiduairesCe produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis.

[1] Cette procédure est équivalente à celle de l'USEPA, telle que documentée dans la publication Standard Methods 4500-Cl G pour l'analyse de l'eau potable et des eaux résiduaires.

[2] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères propres aux cuves d'échantillon et aux adaptateurs dans le cadre du test.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000	—	2427606 
DR 5000	A23618	
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 900	—	2401906 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Si le résultat de l'analyse est hors de la gamme, ou si l'échantillon vire temporairement au jaune après l'ajout de réactif, diluez l'échantillon avec un volume connu d'eau de qualité supérieure sans demande en chlore et recommencez l'analyse. La dilution peut entraîner une perte de chlore. Multipliez le résultat par le facteur de dilution. Des méthodes supplémentaires sont disponibles pour mesurer le chlore sans dilution.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

Un sachet de poudre pour échantillons de 25 ml est ajouté intentionnellement à 10 ml d'échantillon au cours de cette analyse afin d'obtenir une gamme de travail correcte.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.
Pour le contrôle de la désinfection à la chloramine, utilisez l'une des méthodes relatives à la chloramine (mono).
Les eaux froides peuvent entraîner la formation de condensation sur les parois des cuves d'échantillon pendant le développement de la couleur. Recherchez toutes traces de condensation dans les cuves d'échantillon avant les mesures.
Utilisez des cuves d'échantillon différentes pour le chlore libre et le chlore total. Si des traces d'iodure provenant du réactif pour chlore total subsistent au cours de la détermination de chlore libre, la monochloramine provoque une interférence. Il est recommandé d'utiliser des cuves d'échantillon distinctes pour les mesures de chlore libre et total.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore total, 25 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

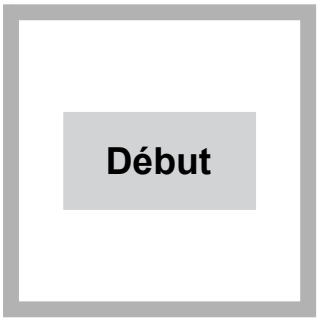
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du chlore dans l'eau.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

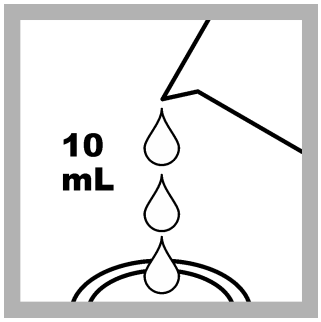
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

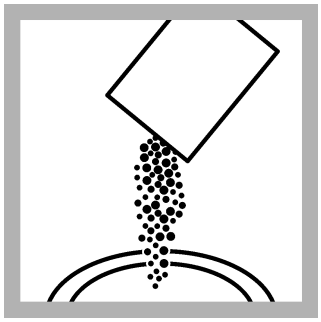


1. Lancez le programme **87 Chlorine,F&T PP MR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

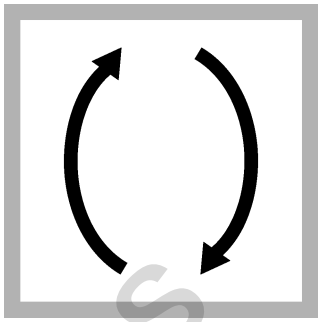
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif DPD pour chlore total (pour échantillons de 25 ml).

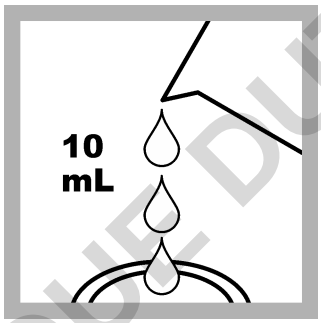


4. Bouchez la cuve d'échantillon. Retournez la cuve d'échantillon pendant 20 secondes. Il n'est pas nécessaire de dissoudre l'ensemble du réactif.

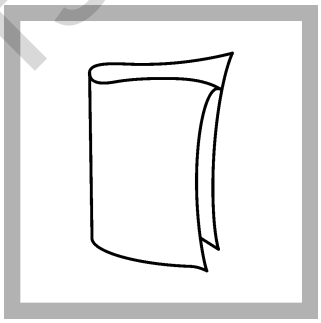


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

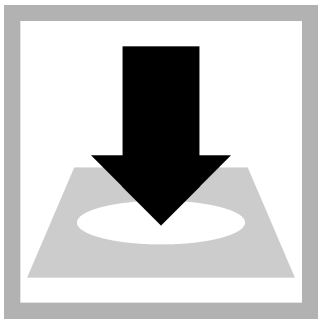
Effectuez les quatre étapes suivantes pendant la minuterie.



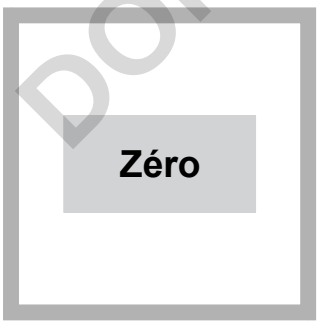
6. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



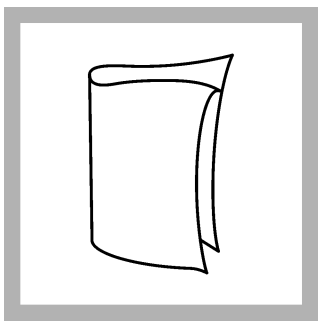
7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



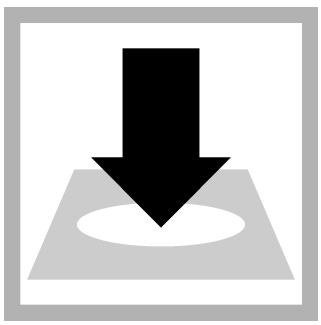
8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cl_2.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



11. Sous 3 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Réglez au pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Ajustez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Brome, Br_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Dioxyde de chlore, ClO_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines inorganiques	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines organiques	Peut interférer.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 10 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du chlore.
Ozone	Interférence positive à tous les niveaux.
Peroxides	Peut interférer.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH sur 6–7 avec de l'acide (acide sulfurique, 1,000 N) ou une base (hydroxyde de sodium, 1,00 N).

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 25–30 ou 50-75 mg/l (utilisez l'indication de mg/l de l'étiquette)
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Vérification des analyseurs en ligne

Cette procédure permet de se conformer à la méthode USEPA 334.0 : détermination du chlore résiduel dans l'eau potable avec un analyseur de chlore en ligne. La procédure et les critères de conformité à la méthode EPA 334.0 peuvent être téléchargés directement depuis http://www.hach.com/method334.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
87	2,10 mg/l Cl_2	2,07–2,13 mg/l Cl_2	0,02 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

Le chlore présent dans l'eau peut être sous forme de chlore libre ou combiné. Ces deux formes peuvent coexister dans la même eau et être déterminées ensemble en tant que chlore total. Le chlore libre est présent sous forme d'acide hypochloreux et/ou d'ion hypochlorite. Le chlore combiné existe sous forme de monochloramine, dichloramine, trichlorure d'azote et autres dérivés du chlore. Le chlore combiné oxyde l'iodure du réactif en iode. L'iode et le chlore libre réagissent avec la DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) et développent une couleur rose qui est proportionnelle à la concentration totale de chlore.

Pour trouver la concentration de chlore combiné, procédez à des analyses de chlore libre et de chlore total. Soustrayez les résultats de l'analyse de chlore libre des résultats de l'analyse de chlore total pour obtenir la concentration de chlore combiné. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore total, 25 ml	1	Lot de 100	1406499

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820

Accessoires et étalons recommandés (suite)

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	50041H
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Eau désionisée	4 l	27256
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore total, 25 ml	Lot de 1 000	1406428
Kit d'étalon secondaire SpecCheck™, chlore DPD, gamme moyenne	1	2980500
Eau, sans composés organiques	500 ml	2641549

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 4

Chlore total

DOC316.53.01028

Méthode DPD[1] **Méthode 10101**

0,09 à 5,00 mg/l Cl_2 **Tubes Test 'N Tube™**

Cadre d'application: Analyse des niveaux élevés de chlore total (libre et combiné) dans l'eau potable, l'eau de réfrigération ou les eaux de traitement industriel. Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Pour le contrôle de la désinfection à la chloramine, utilisez l'une des méthodes relatives à la chloramine (mono).
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Réactif Test 'N Tube™ DPD pour chlore total	1
Racleurs, amovibles	varie

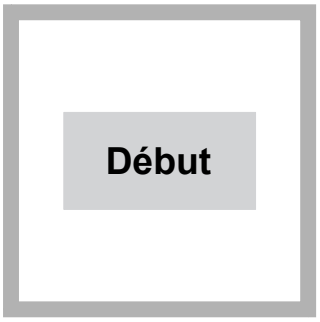
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du chlore dans l'eau.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

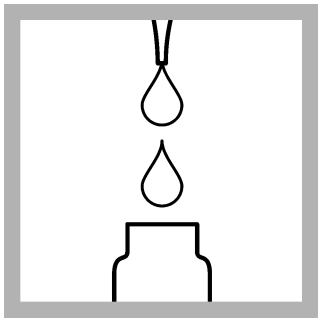
DOMINIQUE DUMSCHER SAS

Méthode DPD pour Test 'N Tubes

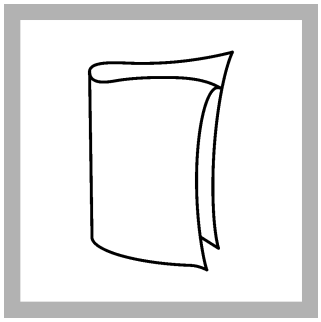


1. Lancez le programme **89 Chlorine F&T TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

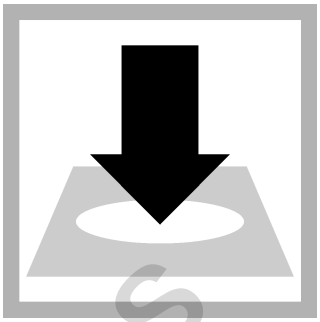
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



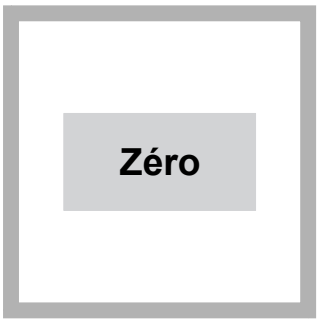
2. Préparation du blanc : remplissez un tube Test 'N Tube jusqu'en haut de l'étiquette avec l'échantillon.



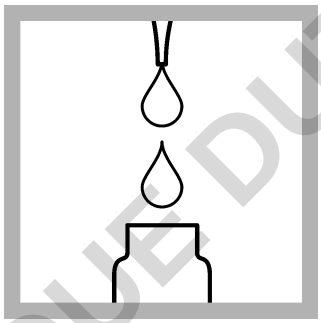
3. Nettoyez le tube de blanc.



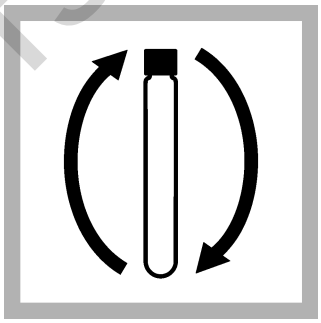
4. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.



5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cl_2.



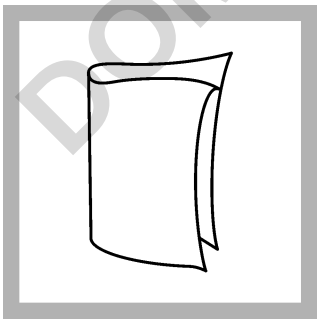
6. Préparation de l'échantillon : débouchez le tube un tube Test N' Tube DPD chlore total. Remplissez le tube jusqu'en haut de l'étiquette avec l'échantillon.



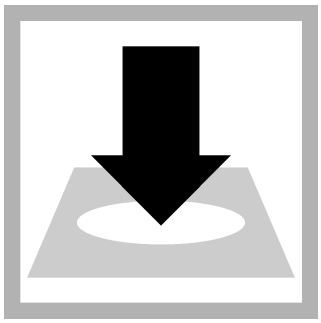
7. Bouchez le tube. Retournez pour assurer le mélange.



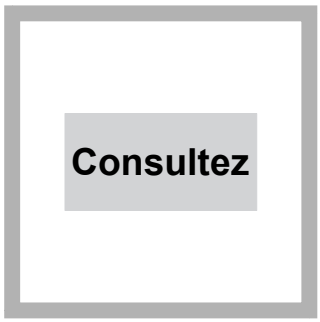
8. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



9. Nettoyez le tube d'échantillon.



10. A la fin de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Réglez au pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Ajustez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Brome, Br_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Dioxyde de chlore, ClO_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines inorganiques	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines organiques	Peut interférer.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 10 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du chlore.
Ozone	Interférence positive à tous les niveaux.
Peroxides	Peut interférer.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 50–75 mg/l (utilisez l'indication de mg/l de l'étiquette)
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
89	2,68 mg/l Cl_2	2,63–2,73 mg/l Cl_2	0,03 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

Le chlore présent dans l'eau peut être sous forme de chlore libre ou combiné. Ces deux formes peuvent coexister dans la même eau et être déterminées ensemble en tant que chlore total. Le chlore libre est présent sous forme d'acide hypochloreux et/ou d'ion hypochlorite. Le chlore combiné existe sous forme de monochloramine, dichloramine, trichlorure d'azote et autres dérivés du chlore. Le chlore combiné oxyde l'iodure du réactif en iode. L'iode et le chlore libre réagissent avec la DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) et développent une couleur rose qui est proportionnelle à la concentration totale de chlore.

Pour trouver la concentration de chlore combiné, procédez à des analyses de chlore libre et de chlore total. Soustrayez les résultats de l'analyse de chlore libre des résultats de l'analyse de chlore total pour obtenir la concentration de chlore combiné. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Réactif Test 'N Tube™ DPD pour chlore total	1	Lot de 50	2105645

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Portoir de tube à essai, acier inoxydable	1	1864100
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Chlore total

DOC316.53.01029

Méthode DPD de l'USEPA [1]

Méthode 10070

0,1 à 10,0 mg/l Cl_2 (HR)

Sachets de poudre

Cadre d'application: Analyse des niveaux élevés de chlore total (libre et combiné) dans l'eau potable, l'eau de réfrigération et les eaux de traitement industriel.[2] Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Agréée USEPA pour les rapports d'analyse de l'eau potable.

[2] Cette procédure est équivalente à celle de l'USEPA, telle que documentée dans la publication Standard Methods 4500-Cl G pour l'eau potable et les eaux résiduaires.

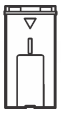
Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau indique également les paramètres qui peuvent changer d'un appareil à l'autre, tels que ceux de l'adaptateur et de la cuve d'échantillon.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Adaptateur	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000	—	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	4864302 
DR 5000	A23618	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	
DR 3900	LZV846 (A)	Le repère d'orientation est éloigné de l'utilisateur.	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	Le repère d'orientation est vers la flèche sur l'adaptateur.	
DR 900	—	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV585 (B)	Le trait de 1 cm est aligné sur la flèche de l'adaptateur.	5940506 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
En cas de forte luminosité (p. ex., rayons directs du soleil), fermez le compartiment pour cuves, le cas échéant, avec le capot de protection pendant les mesures.
Si la concentration de chlore est inférieure à 2 mg/l, appliquez la méthode 8167, programme numéro 80. Si la concentration de chlore est inférieure à 500 µg/l, appliquez la méthode 8370 (pour les appareils correspondants).
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

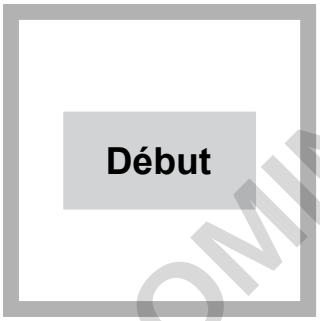
Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore total, 25 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

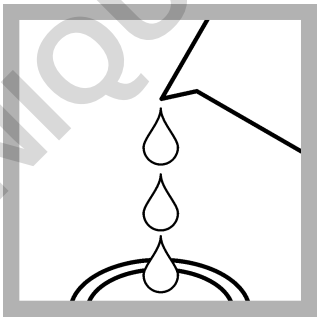
- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du chlore dans l'eau.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

Procédure avec sachet de poudre

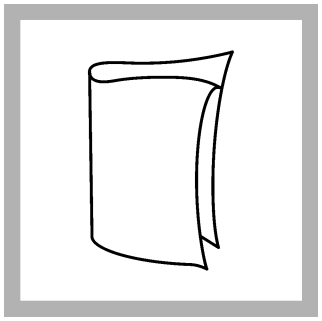


1. Lancez le programme **88 Chlorine F&T HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

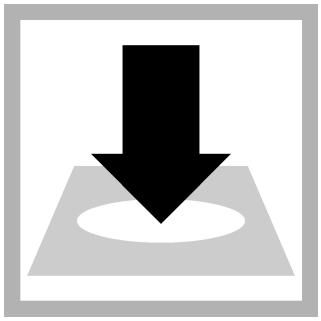
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon jusqu'au repère de 5 ml avec l'échantillon.

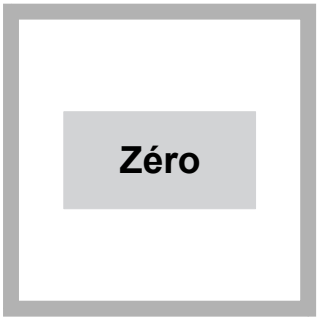


3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

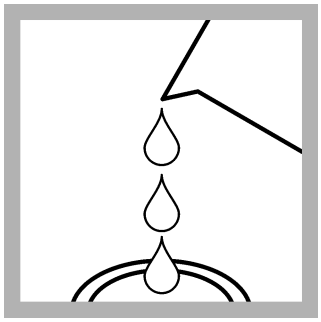


4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

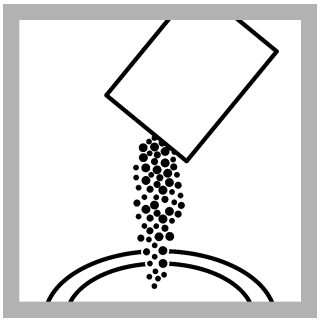
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



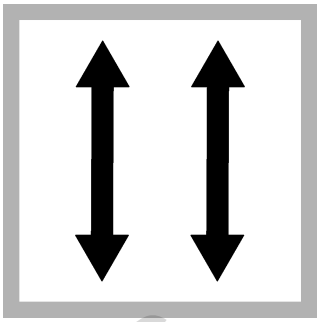
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l Cl_2.



6. Préparation de l'échantillon : remplissez une deuxième cuve d'échantillon jusqu'au repère de 5 ml avec l'échantillon.



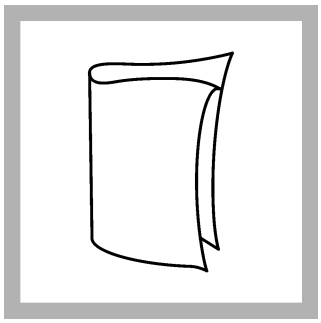
7. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de DPD pour chlore total pour échantillons de 25 ml dans l'échantillon.



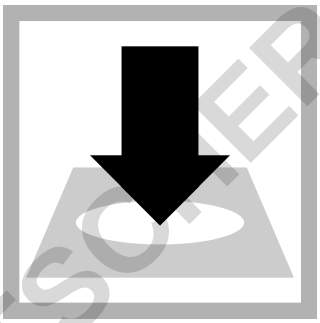
8. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez la cuve d'échantillon pendant environ 20 secondes pour dissoudre le réactif.



9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon.



11. A la fin de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cl_2.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Réglez au pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Ajustez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Brome, Br_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Dioxyde de chlore, ClO_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines inorganiques	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines organiques	Peut interférer.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 10 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du chlore.
Ozone	Interférence positive à tous les niveaux.
Peroxides	Peut interférer.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 50–75 mg/l (utilisez l'indication de mg/l de l'étiquette)
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 5 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
88	5,4 mg/l Cl_2	5,3–5,5 mg/l Cl_2	0,1 mg/l Cl_2

Résumé de la méthode

La gamme d'analyse de la méthode DPD pour le chlore total peut être étendue en augmentant la proportion de témoin par rapport au volume d'échantillon. Ainsi, un plus gros sachet de poudre de réactif DPD pour le chlore total est ajouté à une aliquote de 5 ml. Le chlore combiné oxyde l'iodure du réactif en iode. L'iode réagit avec la DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) et le chlore libre présent dans l'échantillon et développe une couleur rose qui est proportionnelle à la concentration totale de chlore. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore total, 25 ml	1	Lot de 100	1406499

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chlore, ampoule PourRite® de 2 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 20	1426820
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Solution étalon de chlore, ampoules PourRite® de 2 ml, 25 à 30 mg/l	Lot de 20	2630020
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore total, 25 ml	Lot de 1 000	1406428

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Dioxyde de chlore

DOC316.53.01021

Méthode DPD[1] **Méthode 10126**

0,04 à 5,00 mg/l ClO_2 **Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®**

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires. Agréée USEPA pour les rapports d'analyse de l'eau potable.[2] Ce produit n'a pas été testé pour l'analyse de chlore et de chloramine dans les applications médicales aux Etats-Unis

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

[2] Cette procédure est conforme à la publication Standard Methods, 18 éd., 4500 ClO_2 D.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

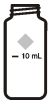
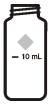
Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Si la concentration de dioxyde de chlore de l'échantillon dépasse la limite supérieure de l'analyse, la couleur risque de s'atténuer ou de virer au jaune. Diluez l'échantillon avec un volume connu d'eau de qualité supérieure sans demande en chlore et recommencez l'analyse. La dilution peut entraîner une légère perte de dioxyde de chlore. Multipliez le résultat par le facteur de dilution.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachet de poudre DPD pour chlore libre, 10 ml	1
Réactif glycine	4 gouttes
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Réactif DPD pour chlore libre, ampoule AccuVac®	1
Réactif glycine	16 gouttes
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

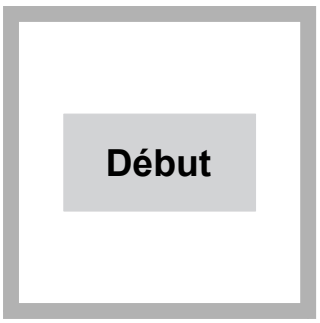
- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le Dioxyde de chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du dioxyde de chlore dans l'eau.

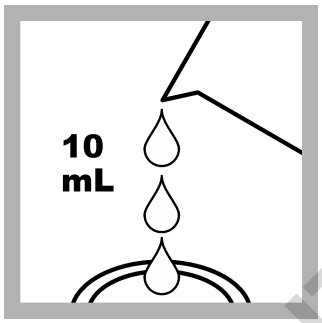
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de dioxyde de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de dioxyde de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

Procédure avec sachet de poudre

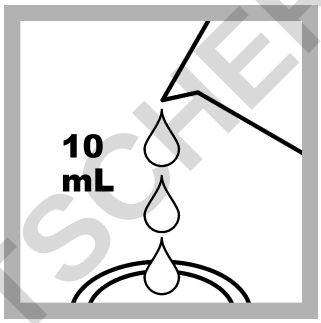


1. Lancez le programme **76 Chlor Diox DPD**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

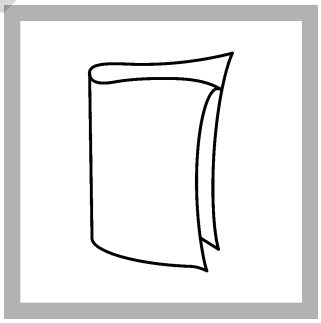
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



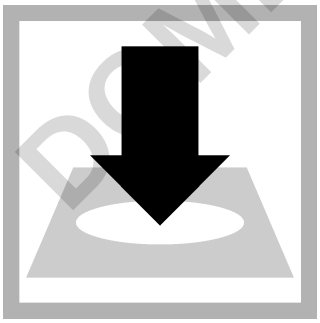
2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon. Bouchez le blanc.



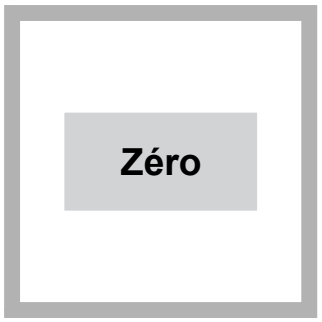
3. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon. Bouchez l'échantillon préparé.



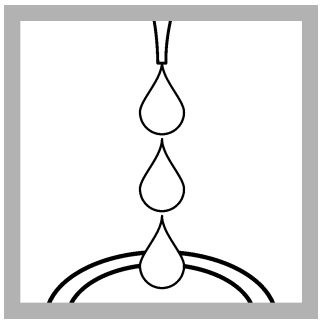
4. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



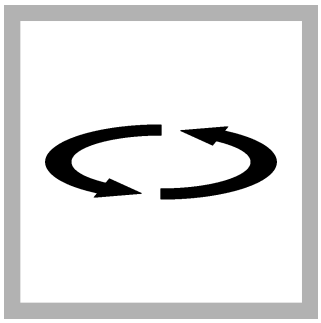
5. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



6. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l ClO_2.

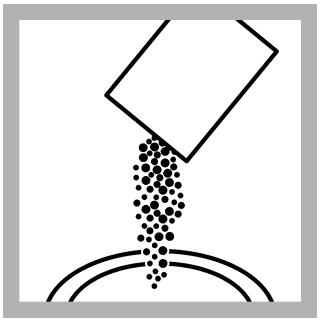


7. Ajoutez 4 gouttes de réactif glycine dans la cuve d'échantillon.

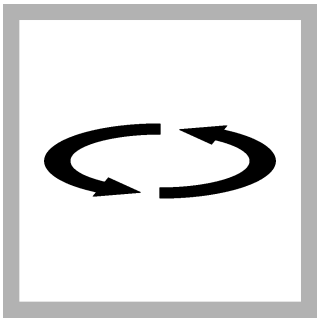


8. Faites tourner pour mélanger.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



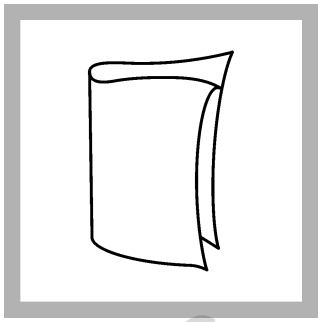
9. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre DPD pour chlore libre dans la cuve d'échantillon.



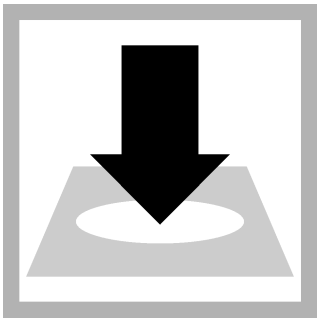
10. Faites tourner la cuve d'échantillon pendant 20 secondes pour assurer le mélange.



11. Patientez 30 secondes jusqu'à ce que la poudre non dissoute se dépose. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.



12. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

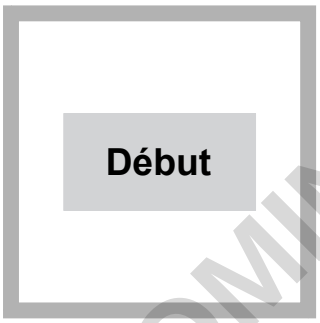


13. Sous une minute à compter de l'ajout de réactif, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



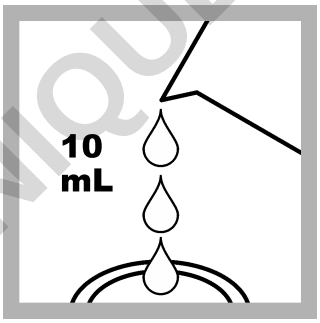
14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l ClO_2.

Procédure avec ampoules AccuVac

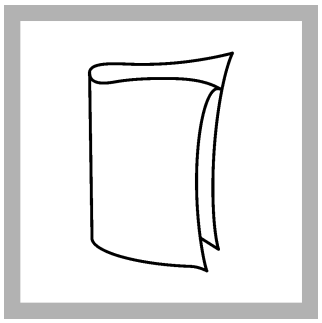


1. Lancez le programme **77 Chlor Diox DPD AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

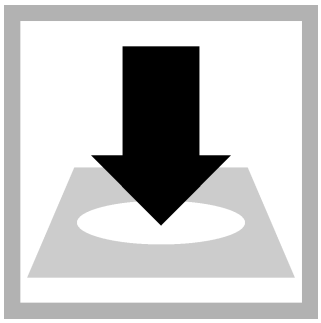
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.
Bouchez le blanc.

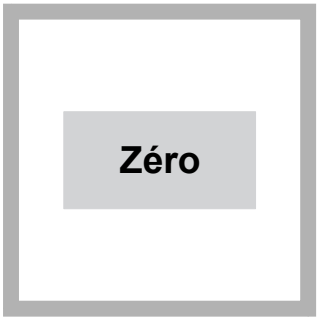


3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

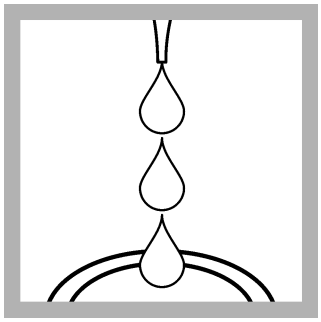


4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

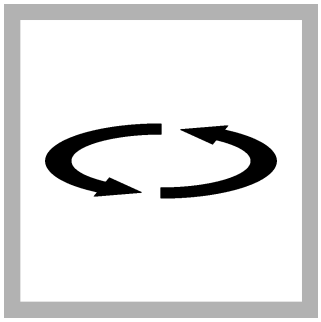
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



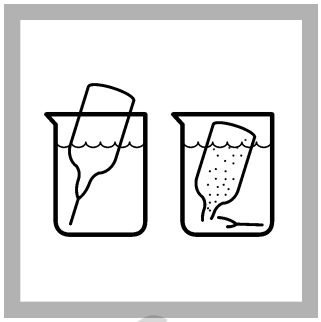
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l ClO_2.



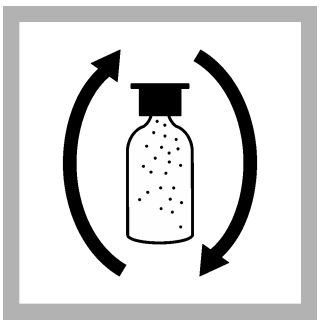
6. Préparation de l'échantillon : collectez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Ajoutez 16 gouttes de réactif glycine à l'échantillon dans le bécher.



7. Faites tourner pour mélanger.



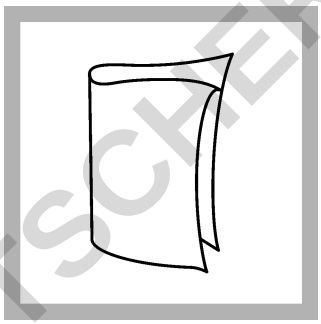
8. Remplissez l'ampoule AccuVac avec l'échantillon préparé. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule soit pleine. Fermez l'ampoule.



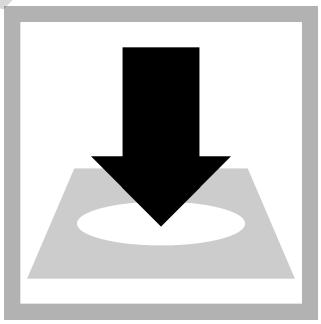
9. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.
Patientez 30 secondes jusqu'à ce que la poudre non dissoute se dépose.



10. Patientez 30 secondes jusqu'à ce que la poudre non dissoute se dépose. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.



11. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



12. Sous une minute à compter de l'ajout de réactif, insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l ClO_2.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Au-dessus de 150 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Réglez au pH 6 ou 7 avec de l'hydroxyde de sodium 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Alcalinité	Au-dessus de 250 mg/l en $CaCO_3$. Le développement de la coloration n'est pas complet ou la couleur disparaît rapidement. Ajustez au pH 6 ou 7 avec de l'acide sulfurique 1 N. Déterminez la quantité nécessaire sur une aliquote d'échantillon séparée, puis ajoutez la même quantité à l'échantillon analysé. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Brome, Br_2	Interférence positive à tous les niveaux.
Chlore, Cl_2	Peut interférer à plus de 6 mg/l Cl_2. L'ajout de glycine peut parfois éliminer cette interférence.
Chloramines inorganiques	Interférence positive à tous les niveaux.
Chloramines organiques	Peut interférer.
Floculants	Des niveaux élevés de la plupart des floculants sont tolérés. Cette tolérance est réduite en présence de chlore. Reportez-vous aux informations concernant les métaux dans ce tableau. En présence de 0,6 mg/l de Cl_2, du $Al(SO_4)_3$ (< 500 mg/l) et du $FeCl_2$ (< 200 mg/l) peuvent être tolérés.
Dureté	Aucun effet à moins de 1 000 mg/l en $CaCO_3$.
Manganèse oxydé (Mn^{4+}, Mn^{7+}) ou chrome oxydé (Cr^{6+})	Prétraitez l'échantillon de la façon suivante : **1.** Ajustez le pH de l'échantillon à 6 ou 7. **2.** Ajoutez 3 gouttes d'iodure de potassium (30 g/l) à un échantillon de 10 ml. **3.** Mélangez et attendez une minute. **4.** Ajoutez 3 gouttes d'arsénite de sodium (5 g/l) et mélangez. **5.** Analysez la concentration de l'échantillon traité en suivant la procédure. **6.** Soustrayez ce résultat de l'analyse sans traitement pour obtenir la concentration exacte du chlore.
Métaux	Différents métaux peuvent se combiner avec la glycine qui est utilisée pour enlever le chlore de l'échantillon. L'interférence des métaux est minimale, sauf en présence de chlore. En présence de 0,6 mg/l de Cl_2, le cuivre (> 10 mg/l) et le nickel (> 50 mg/l) interfèrent. D'autres métaux se combinant à la glycine peuvent également interférer. Il peut être nécessaire d'ajouter davantage de glycine pour surmonter cette interférence.
Monochloramine	Cause une dérive graduelle des relevés les plus élevés. Pour une analyse moins d'une minute après l'ajout de réactif, 3 mg/l de monochloramine entraînent une augmentation du relevé inférieure à 0,1 mg/l.
Ozone	Interférence positive à tous les niveaux.
Peroxides	Peut interférer.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Si de l'arsénite de sodium a été ajouté à l'échantillon pour traiter l'interférence du manganèse ou du chrome, les échantillons ayant réagi contiendront de l'arsenic et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

La préparation des étalons de dioxyde de chlore est difficile et dangereuse. De plus, ces étalons sont explosifs et volatils ! Seul un chimiste expérimenté doit préparer les étalons en utilisant les équipements et précautions de sécurité appropriés. Le fabricant ne recommande pas la préparation d'étalons de dioxyde de chlore. Si la préparation d'un étalon indépendant est nécessaire, veuillez suivre les instructions des *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (méthodes de référence d'étude de l'eau et des eaux résiduaires), section 4500-ClO_2 dioxyde de chlore, sous les titres « Stock chlorine dioxide solution » (solution mère de dioxyde de chlore) et « Standard chlorine dioxide solution » (solution étalon de dioxyde de chlore). Préparez une solution mère de) de dioxyde de chlore.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
76	3,00 mg/l ClO_2	2,89–3,11 mg/l ClO_2	0,04 mg/l ClO_2
77	3,00 mg/l ClO_2	2,91–3,09 mg/l ClO_2	0,04 mg/l ClO_2

Résumé de la méthode

Le dioxyde de chlore réagit avec la DPD (N,N-diéthyl-p-phénylènediamine) à hauteur d’un cinquième de sa teneur en chlore disponible total, ce qui correspond à la réduction du dioxyde de chlore en ions chlorites. Une couleur rose se forme et son intensité est proportionnelle à la concentration de dioxyde de chlore dans l'échantillon. L'interférence du chlore est éliminée en ajoutant de la glycine qui convertit le chlore libre en acide chloroaminacétique, mais elle n'a aucun effet sur le dioxyde de chlore au pH de l'analyse. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif glycine/DPD pour dioxyde de chlore	1	Lot de 100	2770900
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 10 ml	1	Lot de 100	2105569
Réactif glycine	4 gouttes	29 ml	2762133
OU			
Kit de réactif glycine/DPD pour dioxyde de chlore (ampoule AccuVac®)	1	Lot de 25	2771000
Inclut :			
Réactif DPD pour chlore libre, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2502025
Réactif glycine	16 gouttes	29 ml	2762133

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106
Cuve d'échantillon, ronde, 10 ml, 25 x 54 mm	1	1	2122800
Cuve d'échantillon, ronde, 10 ml, 25 x 60 mm	1	Lot de 6	2427606
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chlore, ampoules Voluette® de 10 ml, 50 à 75 mg/l	Lot de 16	1426810
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Eau, sans composés organiques	500 ml	2641549

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Ampoules AccuVac® pour blancs d'échantillon	Lot de 25	2677925
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 10 ml	Lot de 1 000	2105528
Sachets de poudre de réactif DPD pour chlore libre, 10 ml	Lot de 300	2105503
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Manuel des méthodes de référence, version la plus à jour	1	2270800
Bouchon pour tube de 18 mm	Lot de 25	173125
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 10

Dioxyde de chlore

DOC316.53.01020

Méthode de mesure directe

Méthode 8345

1 à 50 mg/l ClO_2 (gamme moyenne)

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Il est recommandé de porter des gants et des lunettes de protection.

Eléments à préparer

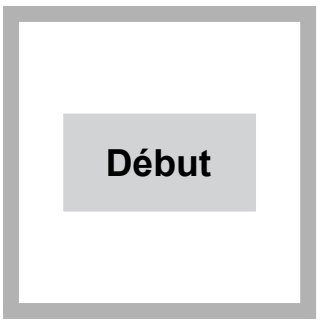
Description	Quantité
Eau désionisée	10 ml
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 4 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

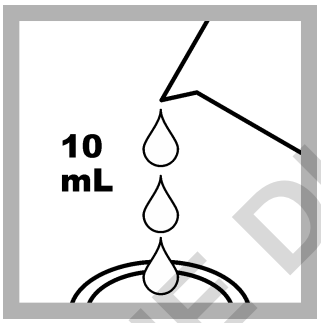
- Analysez immédiatement les échantillons. Les échantillons ne peuvent pas être conservés pour une analyse ultérieure.
- Le Dioxyde de chlore est un agent oxydant puissant qui est instable dans les eaux naturelles. Le chlore réagit rapidement avec différents composés inorganiques et plus lentement avec les composés organiques. De nombreux facteurs, notamment les concentrations en réactif, la lumière du soleil, le pH, la température et la salinité, influencent la décomposition du dioxyde de chlore dans l'eau.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Evitez les récipients en plastique car ils peuvent avoir une forte demande de dioxyde de chlore.
- Prétraitez les récipients d'échantillon en verre pour éliminer toute demande de dioxyde de chlore, par trempage dans une solution d'eau de Javel diluée (1 ml d'eau de Javel du commerce dans 1 litre d'eau désionisée) pendant au moins 1 heure. Rincez minutieusement à l'eau désionisée ou distillée. Si les récipients d'échantillon sont rincés correctement à l'eau désionisée ou distillée après utilisation, seul un prétraitement occasionnel est nécessaire.
- Assurez-vous que l'échantillon choisi est représentatif. Si l'échantillon provient d'un détendeur ou d'un robinet, laissez l'eau couler pendant au moins 5 minutes. Laissez déborder le récipient avec l'échantillon plusieurs fois, puis bouchez-le de manière à ce qu'il n'y ait aucun espace libre (air) au-dessus de l'échantillon.

Méthode de mesure directe

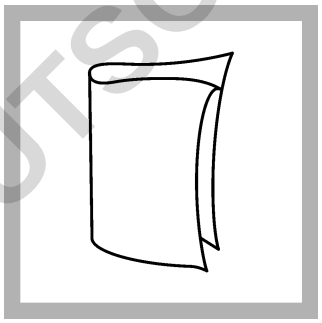


1. Lancez le programme **73 Chlor Diox MR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

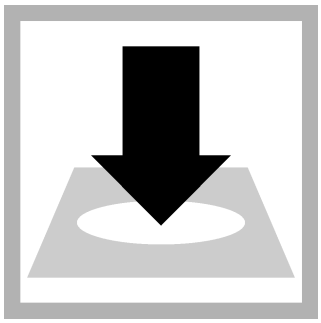
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'eau désionisée.

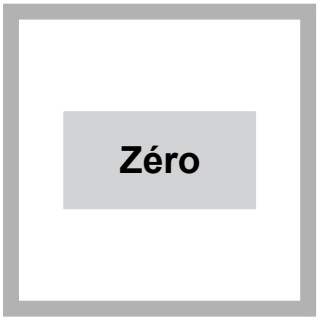


3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

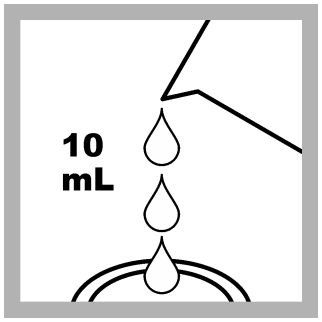


4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

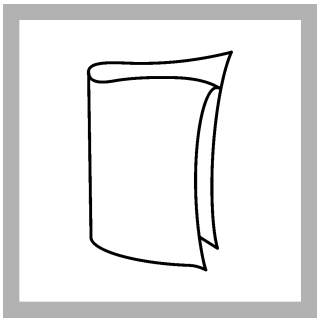
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



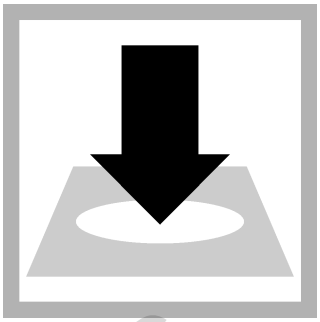
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l ClO_2.



6. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



7. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



8. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



9. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l ClO_2.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

La préparation des étalons de dioxyde de chlore est difficile et dangereuse. De plus, ces étalons sont explosifs et volatils ! Seul un chimiste expérimenté doit préparer les étalons en utilisant les équipements et précautions de sécurité appropriés. Le fabricant ne recommande pas la préparation d'étalons de dioxyde de chlore. Si la préparation d'un étalon indépendant est nécessaire, veuillez suivre les instructions des *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (méthodes de référence d'étude de l'eau et des eaux résiduaires), section 4500-ClO_2 dioxyde de chlore, sous les titres « Stock chlorine dioxide solution » (solution mère de dioxyde de chlore) et « Standard chlorine dioxide solution » (solution étalon de dioxyde de chlore). Préparez une solution mère de) de dioxyde de chlore.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
73	43 mg/l ClO_2	41–45 mg/l ClO_2	0,3 mg/l ClO_2

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Résumé de la méthode

Le dioxyde de chlore, un gaz jaune, peut être mesuré directement dans une solution aqueuse. La longueur d'onde de mesure est de 360 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs et accessoires requis

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	4 l	27256
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402

Accessoires optionnels

Description	Unité	Réf.
Gants, résistants aux produits chimiques, tailles 9 et 9,5	paire	2410104[1]
Lunettes de sécurité, avec ouvertures	1	2550700
Manuel des méthodes de référence, version la plus à jour	1	2270800

[1] Autres tailles disponibles

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Chrome hexavalent

DOC316.53.01033

USEPA[1] Méthode 1,5 Diphénylcarbohydrazide[2]

Méthode 8023

0,010 à 0,700 mg/l Cr^{6+} (spectrophotomètres)

Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®

0,01 à 0,60 mg/l Cr^{6+} (colorimètres)

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires ; Agréée USEPA pour les rapports d'analyse des eaux résiduaires.[3]

[1] Agréée par l'USEPA et conforme à la publication Standard Method 3500 Cr B.
[2] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).
[3] Procédure équivalente à la méthode USGS 1-1230-85 pour les eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
A des niveaux élevés de chrome, un précipité se forme. Il peut alors être nécessaire de diluer l'échantillon.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Les échantillons finaux sont très acides.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif pour chrome ChromaVer® 3, 5 ou 10 ml	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

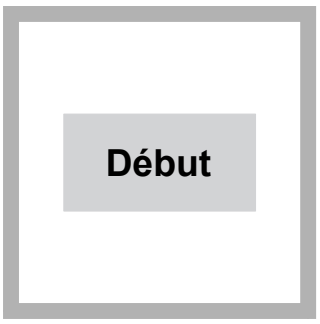
Description	Quantité
Ampoules AccuVac® ChromaVer®3	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

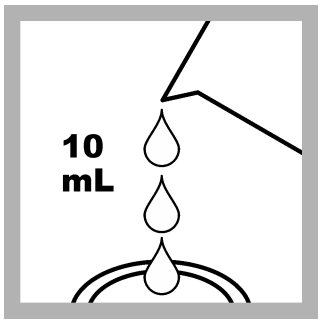
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 24 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Procédure avec sachet de poudre

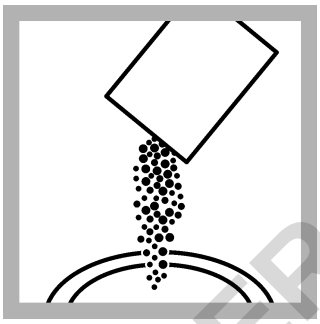


1. Lancez le programme **90 Chromium, Hex**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

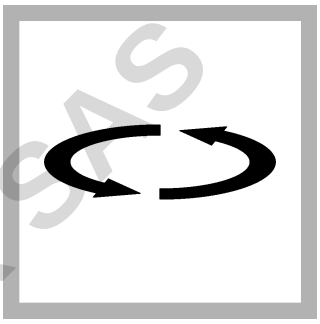
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



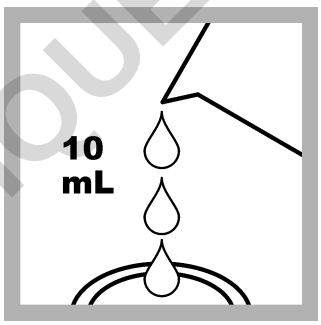
3. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre de réactif ChromaVer® 3 dans la cuve d'échantillon.



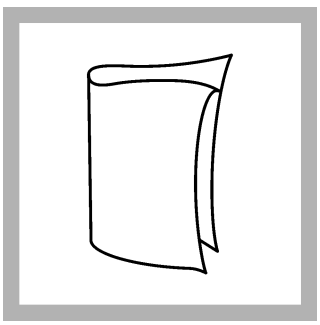
4. Faites tourner pour mélanger.
Une couleur violette se développe en présence de chrome hexavalent.



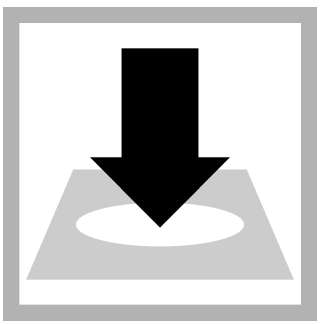
5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.



6. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

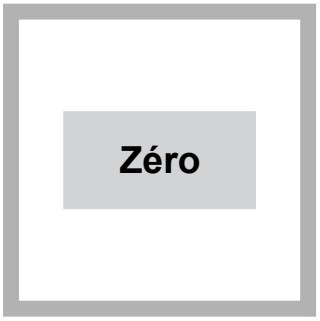


7. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

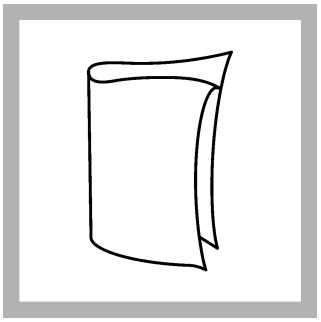


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

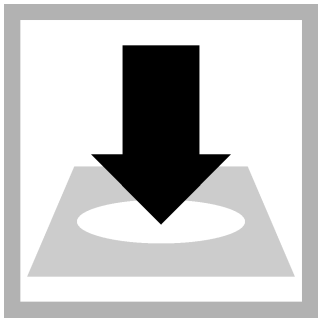
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 ou 0,000 mg/l Cr^{6+*}.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

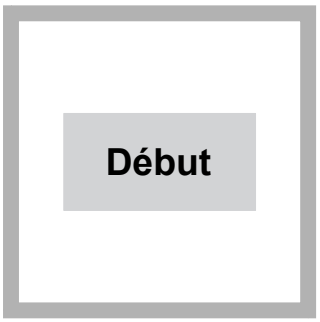


11. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



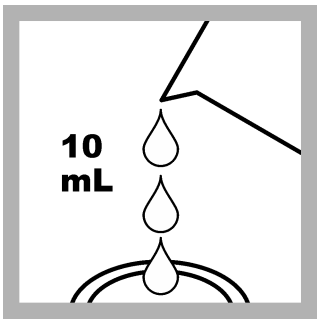
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cr^{6+}.

Procédure avec ampoule AccuVac

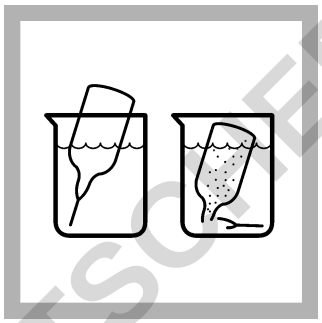


1. Lancez le programme **95 Chromium, Hex. AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

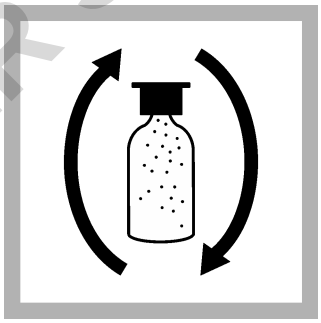
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



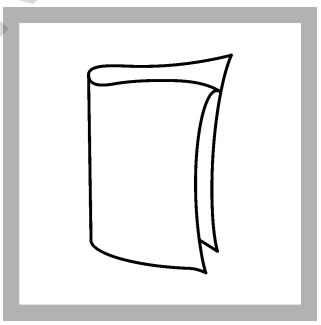
3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



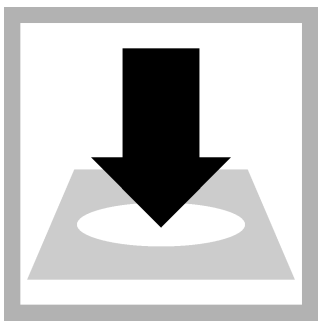
4. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.



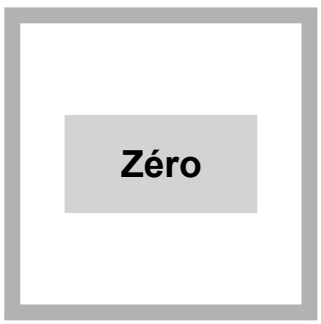
5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.



6. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



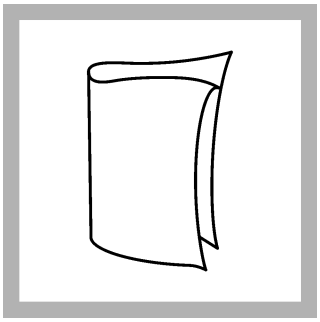
7. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



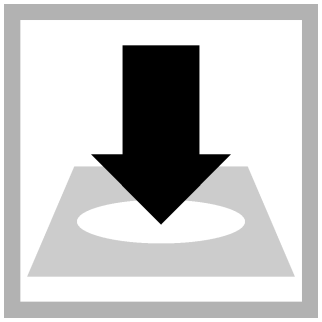
8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 ou 0,000 mg/l Cr^{6+**}.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

* Le colorimètre affiche 0,00 mg/l.
** Le colorimètre affiche 0,00 mg/l.



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cr^{6+}.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Fer	Peut interférer au-dessus de 1 mg/l.
Mercure et ions de mercure	Légère interférence.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.
Vanadium	Peut interférer au-dessus de 1 mg/l. Ménagez une période de réaction de 10 minutes avant de lire la mesure.
Turbidité	Pour les échantillons troubles, traitez le blanc avec un sachet de poudre de réactif acide. Ce réactif dissoudra dans le blanc toute turbidité dissoute également par l'acide contenu dans le réactif ChromaVer 3 pour chrome.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chrome hexavalent 12,5 mg/l, ampoules Voluette® de 10 ml
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.

   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,2, 0,4 et 0,6 ml de la solution étalon à trois nouveaux échantillons de 50 ml.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chrome hexavalent 50,0 mg/l
- Flacon jaugé de 500 ml, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de chrome hexavalent 0,50 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 5,00 ml de chrome hexavalent 50,0 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
90	0,500 mg/l Cr^{6+}	0,497–0,503 mg/l Cr^{6+}	0,005 mg/l Cr^{6+}
95	0,500 mg/l Cr^{6+}	0,496–0,504 mg/l Cr^{6+}	0,006 mg/l Cr^{6+}

Résumé de la méthode

Le chrome hexavalent est déterminé avec la méthode au 1,5-diphénylcarbohydrazide qui repose sur une simple formulation en poudre sèche : le réactif pour chrome ChromaVer 3. Ce réactif contient un tampon acide combiné avec du 1,5-diphénylcarbohydrazide qui réagit pour donner une couleur violette en présence de chrome hexavalent. La longueur d'onde de mesure est de 540 nm pour les spectrophotomètres ou de 560 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour chrome ChromaVer® 5, 5 ou 10 ml	1	Lot de 100	1271099
OU			
Ampoule AccuVac® ChromaVer® 3	1	Lot de 25	2505025
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chrome hexavalent, ampoules Voluette® de 10 ml, 12,5 mg/l Cr^{6+}	Lot de 16	1425610
Solution étalon de chrome hexavalent, 50,0 mg/l Cr^{6+}	100 ml	81042H

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Sachets de poudre de réactif acide	Lot de 100	212699
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Flacon jaugé en verre, classe A, 500 ml	1	1457449
Pipette, jaugée, 5,00 ml	1	1451537
Pro-pipette	1	1465100
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Chrome total

DOC316.53.01034

Méthode oxydation alcaline à l'hypobromite[1] — Méthode 8024

0,01 à 0,70 mg/l Cr (spectrophotomètres) — Sachets de poudre

0,01 à 0,60 mg/l Cr (colorimètres)

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.[2]

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

[2] Procédure équivalente aux recommandations de l'USEPA et de la publication Standard Method 3500-Cr D pour les eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve de mesure	Tube	Cuve de mesure
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2401906 	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.		
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Préparez un bain d'eau bouillante pour la procédure d'analyse. Mettez des protège-doigts pour tenir les cuves d'échantillon chaudes.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif acide	1
Sachet de poudre de réactif pour chrome ChromaVer® 3, 25 ml	1
Sachet de poudre de réactif 1 pour chrome	1
Sachet de poudre de réactif 2 pour chrome	1
Plaque chauffante	1
Bain-marie et portoir	1
Protections des doigts	1 paire
Cuve d'échantillon pour le mélange (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Cuves d'échantillon pour la mesure (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

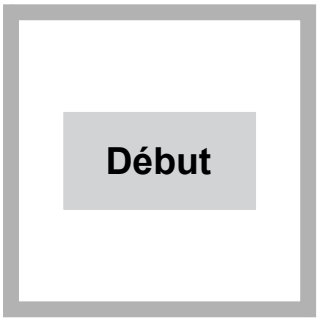
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 4 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

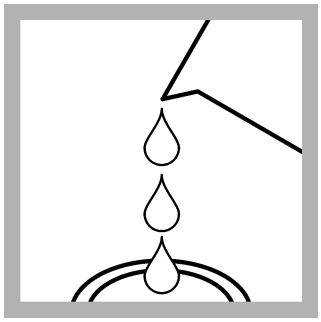
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre (méthode par oxydation hypobromite alcaline)

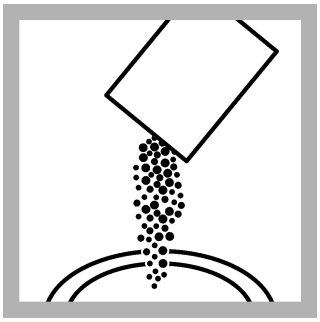


1. Lancez le programme **100 Chromium, Total**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

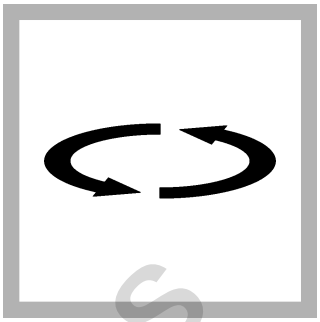
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



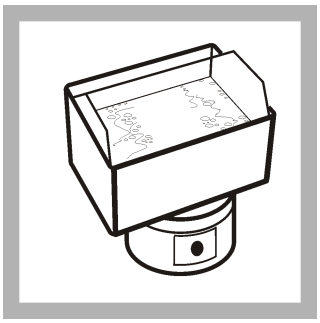
2. Remplissez une cuve d'échantillon de **25 ml** avec 25 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif 1 pour chrome.



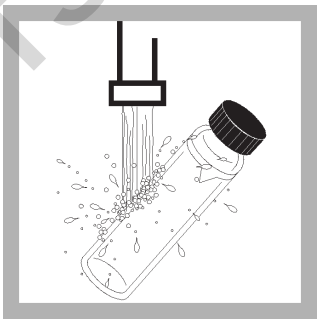
4. Faites tourner pour mélanger.



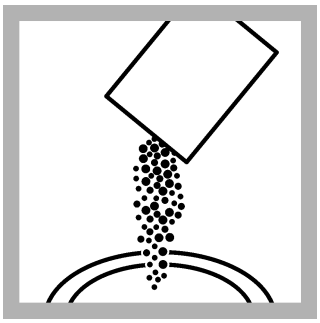
5. Laissez la cuve d'échantillon découverte. Placez l'échantillon préparé dans un bain-marie d'eau bouillante.



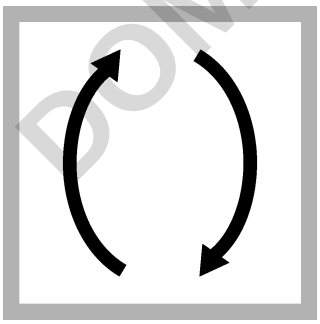
6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.



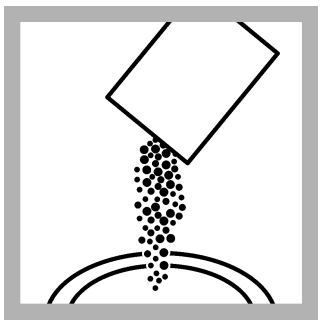
7. A la fin de la minuterie, enlevez l'échantillon préparé du bain. Bouchez la cuve. Ramenez la cuve d'échantillon à 25 °C avec de l'eau courante.



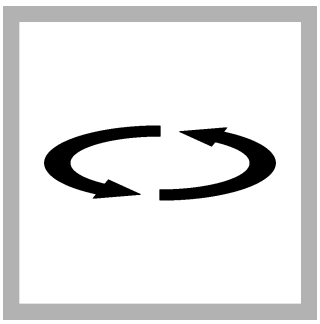
8. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif 2 pour chrome.



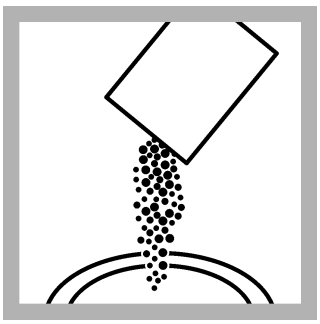
9. Bouchez la cuve d'échantillon. Retournez la cuve d'échantillon pour la mélanger.



10. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif acide.

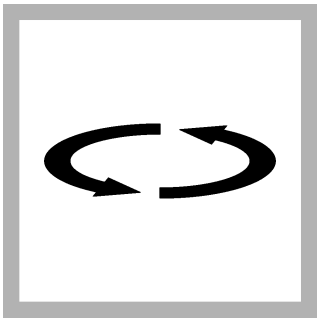


11. Faites tourner pour mélanger.



12. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif ChromaVer 3 pour chrome.

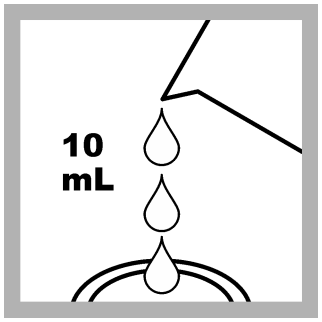
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



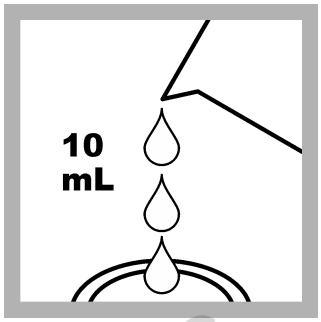
13. Faites tourner pour mélanger.



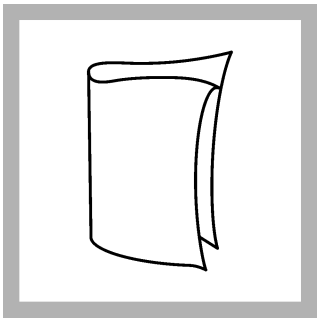
14. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.



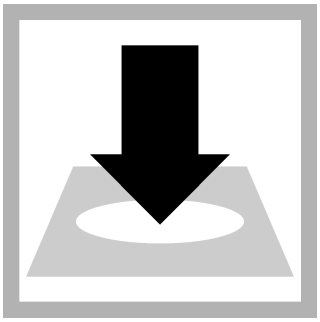
15. Pendant la réaction, versez 10 ml du flacon mélangeur dans une cuve d'échantillon pour la mesure. Il s'agit de l'**échantillon préparé**.



16. Préparation du blanc : à la fin de la minuterie, remplissez la deuxième cuve de mesure avec 10 ml de l'échantillon d'origine.



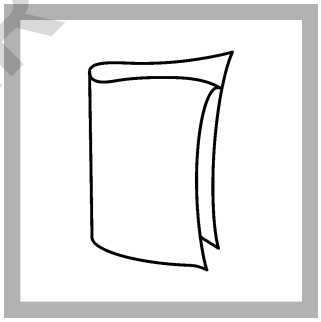
17. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



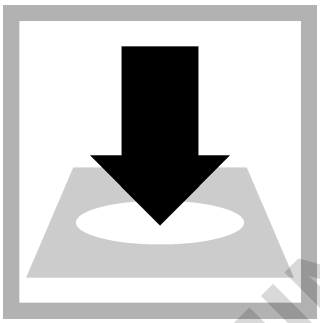
18. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



19. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cr.



20. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



21. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



22. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cr.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Matières organiques	Peut inhiber l'oxydation complète du chrome trivalent. En présence de niveaux élevés de matières organiques, la minéralisation peut être nécessaire. Appliquez l'analyse spécifiée par cette procédure à l'échantillon minéralisé.
Turbidité	Pour les échantillons troubles, appliquez la procédure d'analyse pour préparer un blanc de 25 ml de la même façon que pour l'échantillon préparé, mais n'ajoutez pas le sachet de poudre de réactif ChromaVer 3 pour chrome. Utilisez le blanc ainsi préparé pour régler le zéro de l'appareil.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chrome trivalent, 50 mg/l Cr^{3+}
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eprouvettes de mélange (4), 25 ml
- Eau désionisée
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Préparez une solution étalon de chrome trivalent 12,5 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 5,00 ml de solution étalon Cr^{3+} 50 mg/l dans une éprouvette de mélange de 25 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère de 20 ml avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
3. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
4. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon préparée, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Eléments à préparer :

- Solution étalon de chrome trivalent, ampoule Voluette®, 50 mg/l Cr^{3+}
- Flacon jaugé de 500 ml, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de chrome trivalent 0,50 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 5,00 ml de chrome trivalent 0,50 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
100	0,500 mg/l Cr	0,47–0,53 mg/l Cr	0,005 mg/l Cr

Résumé de la méthode

Le chrome trivalent de l'échantillon est oxydé à sa forme hexavalente par l'ion hypobromite dans des conditions alcalines. L'échantillon est acidifié. Le contenu total en chrome est déterminé par la méthode 1,5-diphénylcarbohydrazide. Déterminez le chrome trivalent en soustrayant les résultats d'une analyse distincte du chrome hexavalent des résultats de l'analyse du chrome total. La longueur d'onde de mesure est de 540 nm pour les spectrophotomètres ou de 560 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Chrome, total, kit de réactif	1	Lot de 100	2242500
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif acide	1	Lot de 100	212699
Sachet de poudre de réactif pour chrome ChromaVer® 3, 25 ml	1	Lot de 100	1206699
Sachet de poudre de réactif 1 pour chrome	1	Lot de 100	204399
Sachet de poudre de réactif 2 pour chrome	1	Lot de 100	204499

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Plaque chauffante, 4 pouces de diamètre	1	1	1206701
OU			
Plaque chauffante, agitateur, 220–240 V c.a.	1	1	2881602
Bain-marie et portoir	1	1	195555

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de chrome trivalent, 50 mg/l Cr^{3+}	100 ml	1415142

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Protections des doigts	Lot de 2	1464702
Flacon jaugé en verre, classe A, 500 ml	1	1457449
Pipette, jaugée, 5,00 ml	1	1451537
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Pipette, jaugée, classe A, 15 ml	1	1451539
Pro-pipette	1	1465100
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Couleur, vraie et apparente

DOC316.53.01037

Méthode standard Platine-cobalt[1, 2, 3]

Méthode 8025

15 à 500 unités de couleur

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer ; équivalente à la méthode NCASI 253 et à la méthode NCASI « Color 71.01 » pour les effluents d'usines de pâtes à papier et de papier utilisant 465 nm (nécessite l'ajustement du pH).

[1] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater et du manuel de méthodes du NCASI (National Council for Air and Stream Improvement).
[2] Adaptée à partir du document Wat. Res. Vol. 30, No. 11, pp. 2771–2775, 1996.
[3] Méthode NCASI 253, agréée dans 40 CFR section 136.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
La procédure NCASI est disponible uniquement pour les spectrophotomètres et nécessite l'ajustement du pH à un pH 7,6 avec HCl à 1,0 N ou NaOH à 1,0 N. Si la modification globale du volume pendant l'ajustement est supérieure à 1 %, recommencez la procédure avec une base ou un acide plus fort. Utilisez le programme 125 pour la procédure NCASI.
Vous pouvez ajouter un sachet de poudre tampon de pH 8 (phosphate de sodium/phosphate de potassium) à 50 ml d'échantillon avant l'ajustement final du pH, pour minimiser le changement de volume dû à la dilution. Mélangez bien pour assurer la dissolution avant l'ajustement final du pH.
Pour tester la couleur apparente, ne filtrez pas l'échantillon ou le blanc d'eau désionisée.
Pour les niveaux très bas, utilisez la cuve à circulation (pour les appareils concernés) afin d'obtenir de meilleurs résultats.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Tampon, pH 8,0 (en option)	1
Solution d'acide chlorhydrique, 1,0 N (pour le programme 125)	varie
Hydroxyde de sodium, 1,00 N (pour le programme 125)	varie
Eau désionisée	100 ml
Système de filtration : filtre à membrane, porte-filtre, flacon à filtre et trompe	1
Bouchon, caoutchouc, un trou numéro 7	1
Tuyau, caoutchouc	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

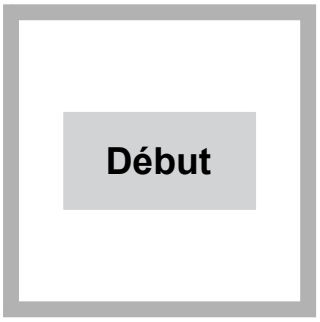
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, remplissez entièrement le flacon, puis serrez son bouchon. Evitez de l'agiter ou tout contact prolongé avec l'air.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

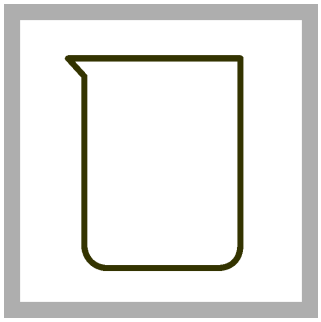
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure au platine-cobalt

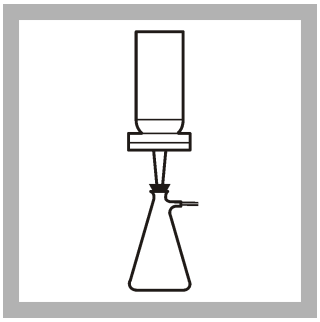


1. Lancez le programme **120 Color, 455 nm** ou le programme **125 Color, 465 nm** pour l'analyse NCASI. Les colorimètres utilisent le programme **122 Color, 420 nm**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

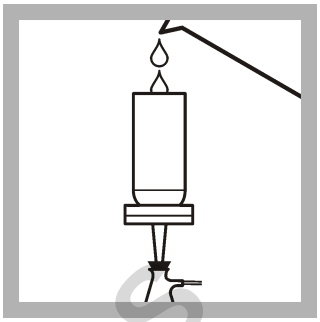
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



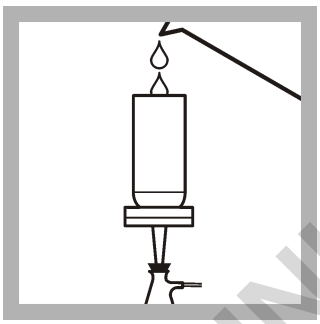
2. Recueillez **200 ml** d'échantillon dans un bécher. **NCASI :** réglez le pH comme indiqué dans la section Avant de commencer à la page 1.



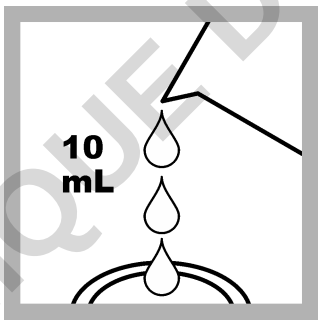
3. Assemblez le système de filtrage à 0,45 micron. **NCASI :** le test NCASI utilise un filtre de 0,8 micron. Vous pouvez monter un préfiltre de 1,0 micron pour les échantillons difficiles à filtrer.



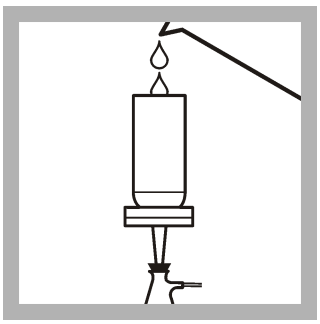
4. Versez environ 50 ml d'eau désionisée dans le filtre pour le rincer. Jetez l'eau de rinçage.



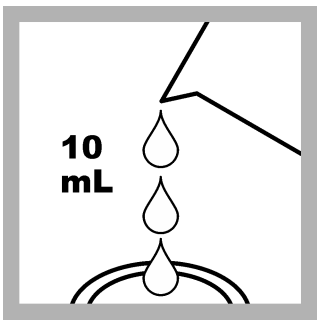
5. Versez à nouveau 50 ml d'eau désionisée dans le filtre.



6. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'eau désionisée filtrée résultant de l'étape précédente.
Jetez l'eau en excédent dans le flacon.

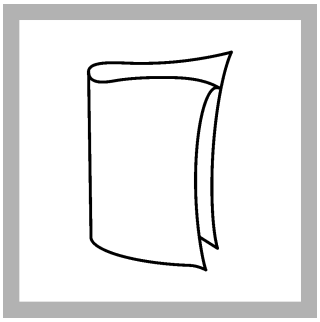


7. Versez environ 50 ml d'échantillon dans le filtre.

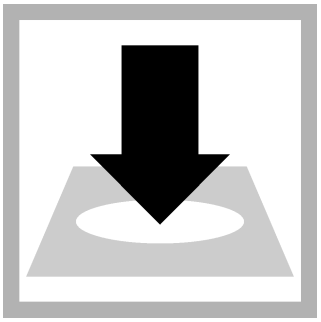


8. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon filtré.

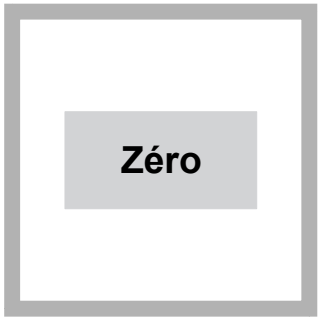
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



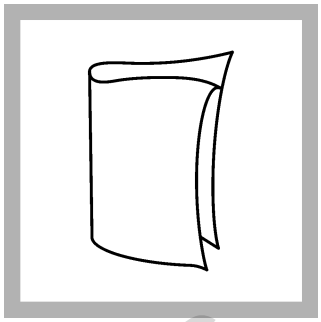
9. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



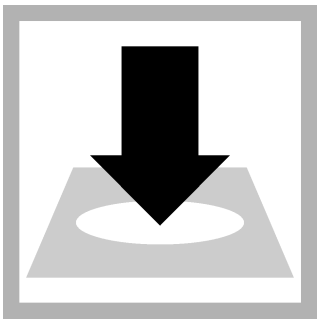
10. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 unité Pt-Co.



12. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



13. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en unités Pt-Co.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon à 500 unités platine-cobalt
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 50 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de 250 unités platine-cobalt de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 50,00 ml de 500 unités platine-cobalt dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
120	250 unités Pt-Co	245–255 unités Pt-Co	16 unités Pt-Co
125	250 unités Pt-Co	245–255 unités Pt-Co	16 unités Pt-Co

Résumé de la méthode

La couleur peut être « apparente » ou « vraie ». La couleur apparente inclut la couleur des matières dissoutes et en suspension. La couleur vraie est déterminée en éliminant les matières en suspension au moyen d'un filtre ou d'une centrifugeuse. Cette procédure utilise un filtre de 0,45 micron pour l'analyse de la couleur vraie. Pour mesurer la couleur apparente, ne filtrez pas l'échantillon ou le blanc d'eau désionisée. Le même programme d'instrument est utilisé aussi bien pour les couleurs vraies qu'apparentes. Le programme stocké est étalonné en unités de couleur reposant sur la norme recommandée par APHA, à savoir que 1 unité de couleur est égale à 1 mg/l de platine sous forme d'ion chloroplatinate. Les résultats de l'analyse des programmes 120 et 125 sont mesurés à 455 et 465 nm, respectivement dans des spectrophotomètres. Les résultats de l'analyse pour le programme 122 sont mesurés à 420 nm dans les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution d'acide chlorhydrique, 1,0 N	varie	1 l	2321353
Hydroxyde de sodium, 1,00 N	varie	1 l	104553
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Trompe, pompe à vide	1	1	213100
Bécher, 400 ml	1	1	50048
Filtre, membrane, 47 mm, 0,8 micron, programme 125	1	Lot de 100	2640800
Porte-filtre, 47 mm, base magnétique	1	1	1352900
Filtre, membrane, 47 mm, 0,45 micron, programme 120	1	Lot de 100	1353000
Flacon, filtration, 500 ml	1	1	54649
Bouchon, poly, creux	1	Lot de 6	211907
Tube, caoutchouc, 7,9 x 2,4 mm	varie	12 pieds	56019

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Tampon, pH 8,0	Lot de 15	1407995
Solution étalon de couleur, 500 unités de platine-cobalt	1 l	141453
Solution étalon de couleur, 15 unités de platine-cobalt	1 l	2602853

Accessoires et étalons recommandés (suite)

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de couleur, 500 unités de platine-cobalt, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	141410
Filtre, microfibre de verre, 1,0 micron, 47 mm	Lot de 100	2551400
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Pipette, jaugée, classe A, 50 ml	1	1451541
Pro-pipette	1	1465100

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Cuivre

DOC316.53.01038

Méthode à la porphyrine[1] — Méthode 8143

1 à 210 µg/l Cu (gamme basse) — Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir d'Ishii and Koh, Bunseki Kagaku, 28 (473), 1979.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.
Lavez tout le matériel en verre avec du détergent. Rincez à l'eau du robinet. Rincez à nouveau avec une solution d'acide nitrique au 1/2. Rincez une troisième fois avec de l'eau désionisée de haute qualité. Ces étapes éliminent les dépôts risquant de donner des résultats trop élevés.
Si des échantillons contiennent des niveaux élevés de métaux, un léger dépôt métallique ou un dépôt jaune peut se former dans la cuve d'échantillon. Lavez la cuve comme indiqué ci-dessus.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif masquant du cuivre, 10 ml	1
Sachets de poudre de réactif 1 porphyrine, 10 ml	2
Sachets de poudre de réactif 2 porphyrine, 10 ml	2
Solution d'acide nitrique, au 1/2	varie
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

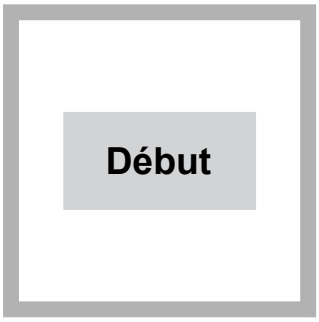
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 2–6 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

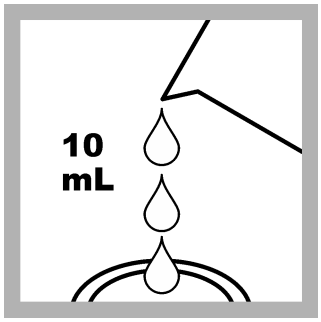
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

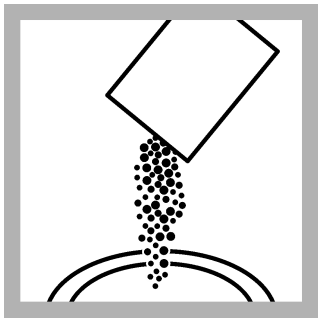


1. Lancez le programme **145 Copper, Porphyrin**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

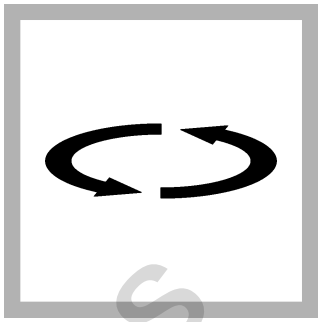
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



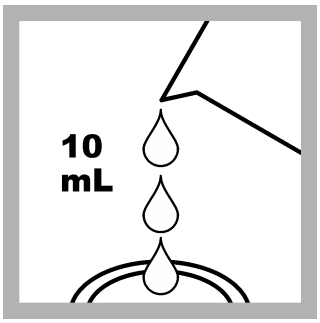
2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



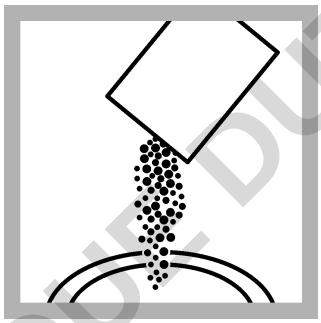
3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif masquant du cuivre.



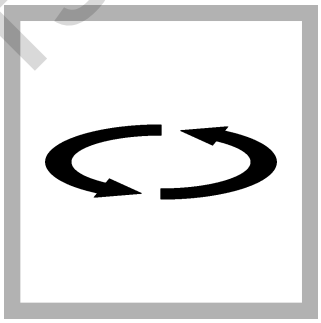
4. Faites tourner pour dissoudre le réactif.



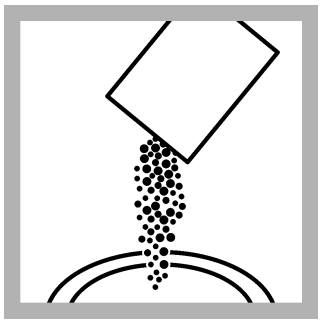
5. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



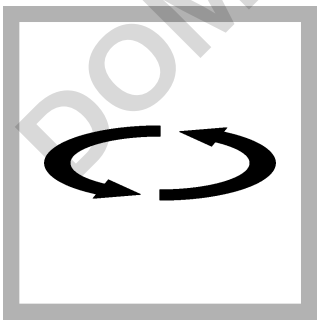
6. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre de réactif Porphyrine 1 dans chaque cuve d'échantillon.



7. Faites tourner pour mélanger.



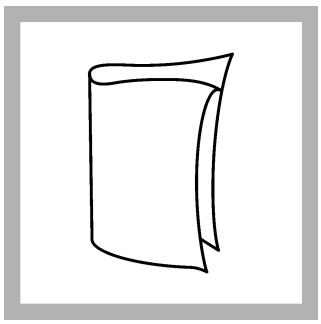
8. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif Porphyrine 2 dans chaque cuve d'échantillon.



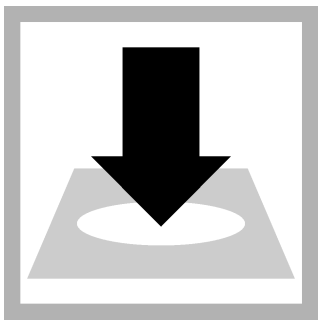
9. Faites tourner pour mélanger.
Si l'échantillon contient du cuivre, il vire au bleu, puis revient au jaune.



10. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

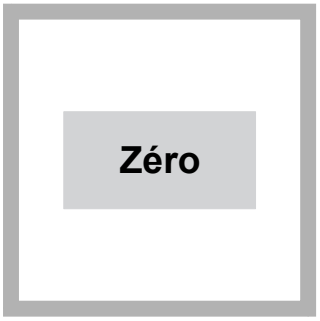


11. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

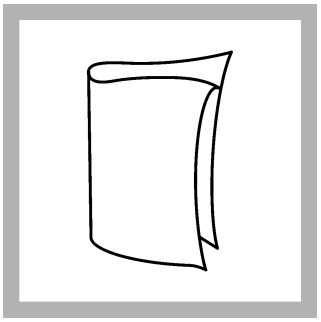


12. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

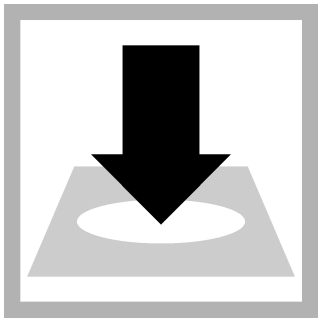
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 µg/l Cu.



14. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



15. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en µg/l Cu.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium, Al^{3+}	60 mg/l
Cadmium, Cd^{2+}	10 mg/l
Calcium, Ca^{2+}	1 500 mg/l
Agents chélateurs	Interfèrent à tous les niveaux, sauf si la minéralisation Digesdahl ou énergique a été réalisée.
Chlorure, Cl^{-}	90 000 mg/l
Chrome, Cr^{6+}	110 mg/l
Cobalt, Co^{2+}	100 mg/l
Fluor, F^{-}	30 000 mg/l
Fer, Fe^{2+}	6 mg/l
Plomb, Pb^{2+}	3 mg/l
Magnésium	10 000 mg/l
Manganèse	140 mg/l
Mercure, Hg^{2+}	3 mg/l
Molybdène	11 mg/l
Nickel, Ni^{2+}	60 mg/l
Potassium, K^{+}	60 000 mg/l
Sodium, Na^{+}	90 000 mg/l
Zinc, Zn^{2+}	9 mg/l
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de cuivre, 4 mg/l (ampoule PourRite® ou préparé par dilution d'une solution étalon au cuivre plus concentrée)
- Briseur d'ampoule

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez six échantillons de 10 ml avec ajout : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de solution étalon, respectivement, à deux portions de 10 ml d'échantillon frais. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de cuivre, 10 mg/l
- Flacon jaugé de 1000 ml, classe A
- Pipette jaugée de 15 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de de cuivre 150 µg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 15,00 ml de cuivre 10 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
145	50 µg/l Cu	47–53 µg/l Cu	1 µg/l Cu

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Résumé de la méthode

La méthode à la porphyrine est très sensible et permet de repérer les traces de cuivre libre. Cette méthode ne subit pratiquement aucune interférence et ne nécessite pas d'extraction ou de concentration d'échantillons avant l'analyse. Les interférences des autres métaux sont éliminées par le réactif masquant du cuivre. Le témoin à la porphyrine produit un complexe de couleur jaune intense en présence de cuivre libre dans l'échantillon. La longueur d'onde de mesure est de 425 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs et accessoires requis

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution d'acide nitrique, au 1/2	varie	500 ml	254049
Kit de réactif pour cuivre, porphyrine, 10 ml	1	Lot de 100	2603300
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif masquant du cuivre, 10 ml	1	Lot de 100	2603449
Sachet de poudre de réactif 1 porphyrine, 10 ml	2	Lot de 100	2603549
Sachet de poudre de réactif 2 porphyrine, 10 ml	2	Lot de 100	2603649

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de cuivre, 4 mg/l, ampoules Pour-Rite de 2 ml	Lot de 20	2605720
Solution étalon de cuivre, 10 mg/l Cu	100 ml	12932
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	100 ml CGG	245032
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Pipette, jaugée, classe A, 15 ml	1	1451539
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Pro-pipette	1	1465100
Cuves d'échantillon carrées, 1 pouce, kit assorti	Lot de 8	2495408
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Cuivre

DOC316.53.01039

USEPA[1] Méthode bicinchoninate[2] **Méthode 8506 (CuVer 1) et méthode 8026 (CuVer 2)**

0,04 à 5,00 mg/l Cu **Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer[3] ; méthode 8506 agréée par l'USEPA pour les rapports d'analyse des eaux résiduaires (minéralisation requise)[4]

1 Agréée, USEPA et publication Standard Method 3500 Cu C ou E.
2 Adaptée de Nakano, S., Yakugaku Zasshi, 82 486-491 (1962) [Abstracts de chimie, 58 3390e (1963)].
3 Prétraitement requis pour la méthode avec sachet de poudre ; reportez-vous à la section Interférence.
4 Federal Register, 45 (105) 36166 (29 mai 1980).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif pour cuivre CuVer® 1, 10 ml	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Réactif CuVer® 2, ampoule AccuVac®	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

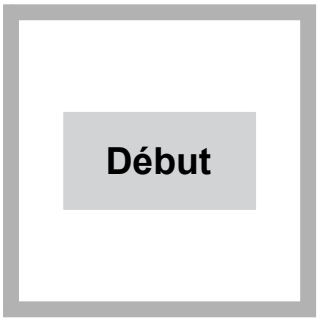
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Si seul le cuivre dissous doit être déterminé, filtrez l'échantillon avant l'ajout d'acide.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 4–6 avec une solution étalon à l'hydroxyde de potassium 8,0 N (ne dépassez pas le pH 6, car le cuivre risque de précipiter).
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

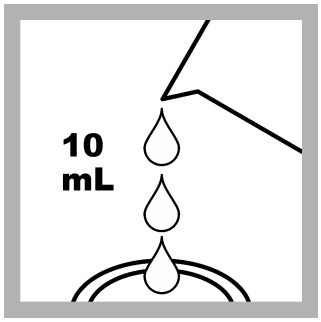
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre (méthode 8506)

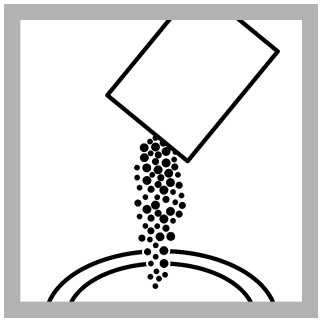


1. Lancez le programme **135 Copper, Bicin**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

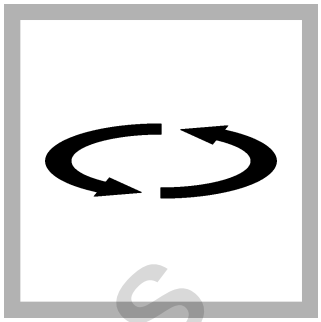
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre de réactif pour cuivre CuVer 1.

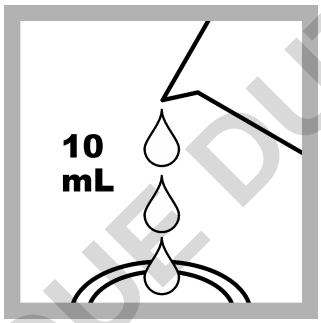


4. Faites tourner pour mélanger.

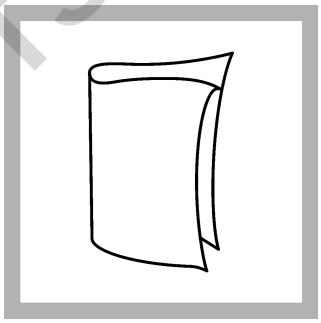


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.

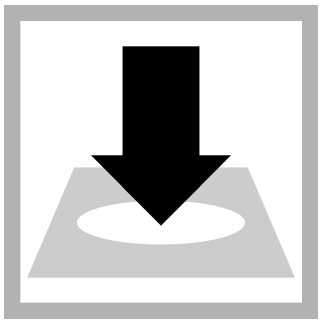
L'échantillon vire au violet lorsque le cuivre qu'il contient se mélange avec la poudre de réactif. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.



6. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

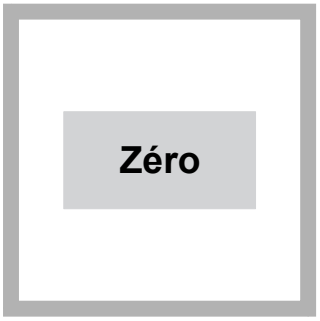


7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

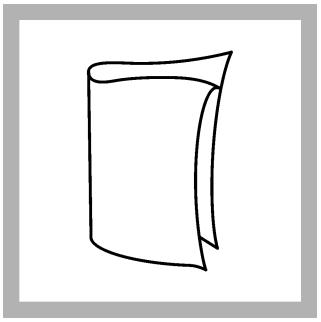


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

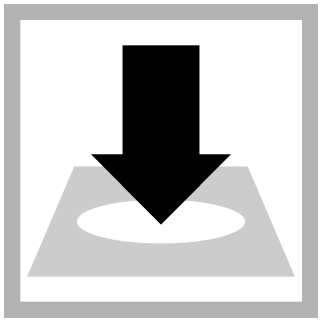
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cu.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

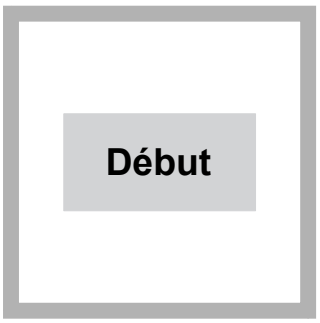


11. Sous 30 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



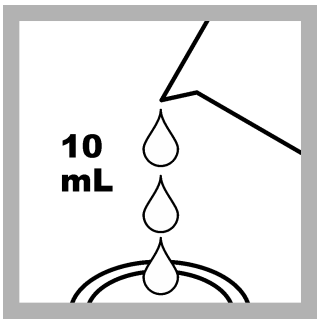
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cu.

Procédure avec ampoule AccuVac (méthode 8026)

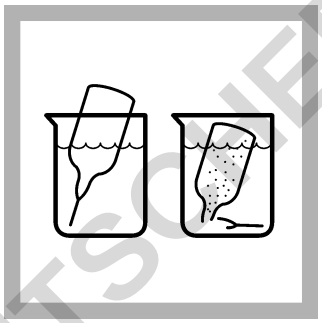


1. Lancez le programme **140 Copper, Bicin. AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

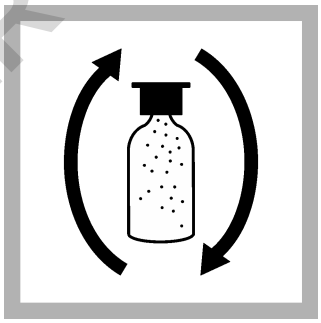
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



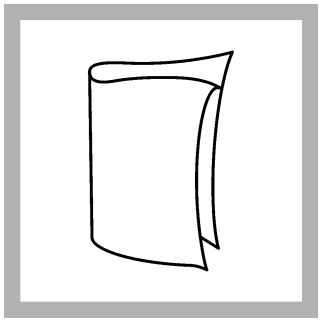
4. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

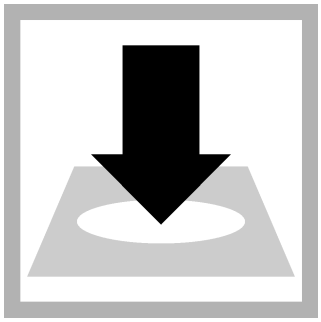


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.

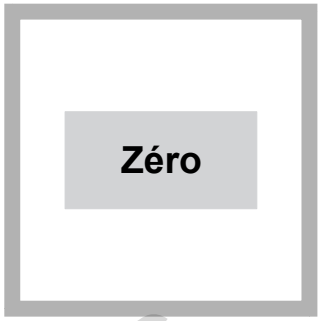
L'échantillon vire au violet lorsque le cuivre qu'il contient se mélange avec la poudre de réactif. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.



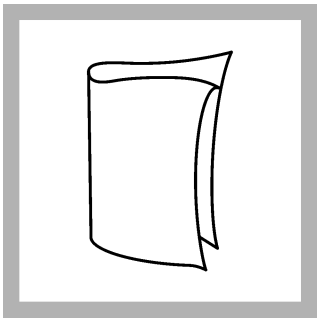
6. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



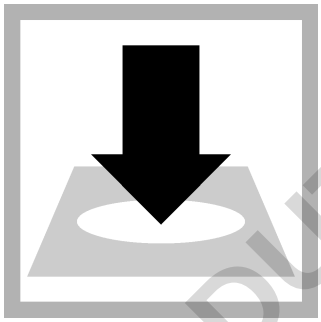
7. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Cu.



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Sous 30 minutes à compter de l'ajout de réactif, insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Cu.

Interférences

Le Tableau 3 indique les traitements des sachets de poudre. Le Tableau 4 présente les traitements des ampoules AccuVac. Pour différencier le cuivre libre du cuivre complexé par l'EDTA ou autres agents complexants, utilisez une cuve d'échantillon de 25 ml et un sachet de poudre de réactif pour cuivre libre à la place du sachet CuVer 1 pendant l'exécution de la procédure d'analyse. Ajoutez un sachet de poudre de réactif hydrosulfite au même échantillon et relisez le résultat. Ce résultat correspond au cuivre dissous total (libre et complexé). Contrairement au réactif CuVer 1, les sachets de poudre de réactif CuVer 2 et les ampoules AccuVac réagissent directement avec le cuivre lorsque ce dernier est complexé par des agents chélateurs, tels que l'EDTA.

Tableau 3 Interférences et traitements préconisés avec sachets de poudre

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Si l'échantillon est très acide (pH 2 ou moins) un précipité peut se former. Ajoutez de la solution étalon d'hydroxyde de potassium 8 N goutte à goutte jusqu'à ce que le pH soit supérieur à 4, puis commencez l'analyse.
Aluminium, Al^{3+}	Appliquez la procédure avec sachets de poudre, mais utilisez un sachet de poudre de réactif pour cuivre CuVer 2 et non pas CuVer 1. Les résultats incluent le total de cuivre dissous (libre et complexé). Utilisez un volume d'échantillon de 25 ml.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 3 Interférences et traitements préconisés avec sachets de poudre (suite)

Substance interférente	Niveau d'interférence
Cyanure, CN^-	Empêche le développement complet de la coloration. Ajoutez 0,2 ml de formaldéhyde à l'échantillon de 10 ml avant d'ajouter le sachet de poudre de réactif CuVer 1. Attendez 4 minutes, puis effectuez le relevé. Multipliez les résultats du test par 1,02 afin de prendre en compte la dilution de l'échantillon avec le formaldéhyde.
Dureté	Appliquez la procédure avec sachets de poudre, mais utilisez un sachet de poudre de réactif pour cuivre CuVer 2 et non pas CuVer 1. Les résultats incluent le total de cuivre dissous (libre et complexé). Utilisez un volume d'échantillon de 25 ml.
Fer, Fe^{3+}	Appliquez la procédure avec sachets de poudre, mais utilisez un sachet de poudre de réactif pour cuivre CuVer 2 et non pas CuVer 1. Les résultats incluent le total de cuivre dissous (libre et complexé). Utilisez un volume d'échantillon de 25 ml.
Argent, Ag^+	Si la turbidité persiste et vire au noir, l'interférence de l'argent est probable. Ajoutez 20 gouttes de solution saturée à 50 % de chlorure de potassium à 75 ml d'échantillon, puis filtrez sur filtre à haute rétention. Utilisez l'échantillon filtré au cours de la procédure d'analyse.

Tableau 4 Interférences et traitements suggérés pour les ampoules AccuVac

Substance interférente	Niveau d'interférence
Acidité	Si l'échantillon est très acide (pH 2 ou moins) un précipité peut se former. Ajoutez de la solution étalon d'hydroxyde de potassium 8 N goutte à goutte jusqu'à ce que le pH soit supérieur à 4, puis commencez l'analyse.
Aluminium, Al^{3+}	Les réactifs acceptent des concentrations élevées.
Cyanure, CN^-	Empêche le développement complet de la coloration. Ajoutez 0,5 ml de formaldéhyde par 25 ml d'échantillon, puis utilisez l'ampoule AccuVac de réactif CuVer 2. Attendez 4 minutes, puis effectuez le relevé. Multipliez les résultats du test par 1,02 afin de prendre en compte la dilution de l'échantillon avec le formaldéhyde.
Dureté	Les réactifs acceptent des concentrations élevées.
Fer, Fe^{3+}	Les réactifs acceptent des concentrations élevées.
Argent, Ag^+	Si la turbidité persiste et vire au noir, l'interférence de l'argent est probable. Ajoutez 10 gouttes de solution saturée de chlorure de potassium à 75 ml d'échantillon, puis filtrez sur filtre à haute rétention. Utilisez l'échantillon filtré dans la procédure.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de cuivre, 100 mg/l
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eprouvette de mélange, 50 ml
- Eau désionisée
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Préparez une solution étalon de cuivre 12,5 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 5,00 ml d'une solution étalon de cuivre à 100 mg/l dans une éprouvette de mélange de 50 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère de 40 ml avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.

2. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
3. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
4. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon préparée, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.

   Remarque : *Pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,2, 0,4 et 0,6 ml à partir d'une ampoule Voluette de solution étalon de cuivre à 75 mg/l dans trois portions d'échantillons frais de 50 ml.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de cuivre, 100 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 4 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de cuivre 4,00 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 4,00 ml de cuivre 100 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
135	1,00 mg/l Cu	0,97–1,03 mg/l Cu	0,04 mg/l Cu
140	1,00 mg/l Cu	0,97–1,03 mg/l Cu	0,03 mg/l Cu

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Résumé de la méthode

Le cuivre de l'échantillon réagit avec un sel d'acide bicinchoninique contenu dans un réactif au cuivre, CuVer 1 ou CuVer 2, et forme un complexe violet dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en cuivre. La longueur d'onde de mesure est de 560 nm.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour cuivre CuVer® 1, 10 ml	1	Lot de 100	2105869
OU			
Réactif pour cuivre CuVer® 2, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2504025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de cuivre, 100 mg/l en Cu	100 ml	12842
Ampoule d'étalon de cuivre Voluette®, 75 mg/l en Cu, 10 ml	Lot de 16	1424710
Etalon d'eau potable pour métaux, gamme basse pour Cu, Fe, Mn	500 ml	2833749
Etalon d'eau potable pour métaux, gamme haute pour Cu, Fe, Mn	500 ml	2833649

Réactifs et accessoires facultatifs

Description	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	50041H
Sachets de poudre de réactif pour cuivre CuVer 2	Lot de 100	2188299
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Formaldéhyde, ACS	100 ml CGG	205932
Acide nitrique concentré	500 ml	15249
Solution de chlorure de potassium, saturée à 50 %	25 ml	1429323
Solution d'hydroxyde de potassium, 8 N	100 ml CGG	28232H
Cuves d'échantillon carrées, 25 ml, assorties, 1 pouce	Lot de 2	2612602
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac®	1	2405200
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Cuves d'échantillon rondes, 25 mm	Lot de 6	2401906
Cuivre, libre et total, kit de réactif, inclut :	1	2439200
Sachets de poudre de réactif hydrosulfite	Lot de 100	2118869
Cuivre, libre, sachets de poudre de réactif	Lot de 100	2182369

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Cyanure

DOC316.53.01040

Méthode Pyridine-pyrazalone[1]

Méthode 8027

0,002 à 0,240 mg/l CN^-

Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir de Epstein, Joseph, Anal. Chem. 19(4), 272 (1947).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Tous les échantillons à analyser pour déterminer la teneur en cyanure doivent subir une distillation acide, sauf si l'expérience a démontré qu'il n'y a pas de différence entre les résultats obtenus avec ou sans distillation.
Utilisez un bain-marie pour maintenir la température au niveau nécessaire à la réaction, à savoir 25 °C pour des résultats optimaux. Les échantillons à moins de 23 °C nécessitent des temps de réaction plus longs, tandis que les échantillons à plus de 25 °C donnent des résultats trop faibles.
Il est essentiel de suivre l'ordre indiqué pour la procédure d'analyse. Ouvrez les réactifs nécessaires avant d'appliquer la procédure, afin d'obtenir les meilleurs résultats.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif 3 pour cyanure CyaniVer®, 10 ml	1
Sachet de poudre de réactif 4 pour cyanure CyaniVer®, 10 ml	1
Sachet de poudre de réactif 5 pour cyanure CyaniVer®, 10 ml	1
Eprouvette, graduée, 10 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 9 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- La présence d'agents oxydants, de sulfures ou d'acides gras peut provoquer la perte de cyanure pendant le stockage. Les échantillons contenant ces substances doivent être traités comme décrit dans les sections suivantes avant préservation avec l'hydroxyde de sodium. Si l'échantillon contient du sulfure et n'est pas prétraité, il doit être analysé dans les 24 heures.
- Pour préserver les échantillons pour analyse ultérieure, ajustez le pH à un minimum de 12 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N (en général 4 ml/l). Utilisez une pipette sérologique en verre et une pro-pipette. Mesurez le pH et ajoutez de l'hydroxyde de sodium, si nécessaire.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 14 jours.
- Avant l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution étalon d'acide chlorhydrique 2,5 N.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Agents oxydants

Les agents oxydants tels que le chlore décomposent le cyanure pendant le stockage. Pour vérifier la présence d'agents oxydants et éliminer leurs effets, prétraitez l'échantillon comme suit :

1. Mesurez 25 ml d'échantillon et ajoutez une goutte de solution témoin de m-nitrophénol à 10 g/l. Faites tourner pour mélanger.
2. Ajoutez la solution étalon d'acide chlorhydrique 2,5 N goutte à goutte jusqu'à ce que la couleur jaune disparaisse et que l'échantillon devienne incolore. Agitez soigneusement après chaque goutte.
3. Ajoutez deux gouttes de solution d'iodure de potassium à 30 g/l et deux gouttes de solution témoin d'amidon dans l'échantillon. Faites tourner pour mélanger. La solution vire au bleu en présence d'agents oxydants.
4. Si la couleur est bleue, ajoutez deux cuillères de mesure rases de 1 g d'acide ascorbique par litre d'échantillon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

5. Retirez 25 ml d'échantillon traité et répétez les étapes 1 à 3. Si la solution vire au bleu, répétez les étapes 4 et 5.
6. Si l'échantillon de 25 ml reste incolore, préservez le reste de l'échantillon à pH 12 pour le stockage avec de la solution étalon d'hydroxyde de sodium 5 N.
7. Effectuez la procédure indiquée sous Substances interférentes, Niveaux, Agents réducteurs, pour éliminer l'effet d'un excès d'acide ascorbique, avant d'effectuer la procédure pour le cyanure.

Sulfures

Les sulfures convertissent rapidement le cyanure en thiocyanate (SCN–). Pour vérifier la présence de sulfures et éliminer leurs effets, prétraitez l'échantillon comme suit :

1. Placez une goutte d'échantillon sur un disque de papier réactif au sulfure d'hydrogène qui a été mouillé avec une solution tampon pH 4.
2. Si le papier réactif noircit, ajoutez une cuillère de mesure d'un gramme d'acétate de plomb dans l'échantillon. Répétez l'étape 1.
3. Si le papier réactif continue à noircir, ajoutez de l'acétate de plomb jusqu'à ce que l'analyse des sulfures soit négative.
4. Filtrez le précipité de sulfure de plomb à travers un papier-filtre et avec un entonnoir. Préservez l'échantillon avec la solution étalon d'hydroxyde de sodium 5 N ou neutralisé à pH 7 pour analyse.

Acides gras

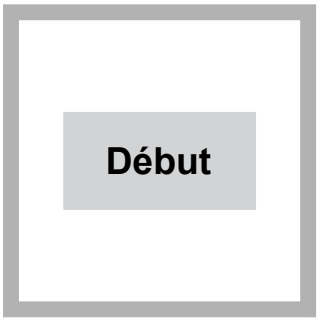
ATTENTION Effectuez cette opération sous une hotte aussi rapidement que possible.

Lorsqu'ils sont distillés, les acides gras sont entraînés avec le cyanure et forment des savons dans les conditions alcalines de l'absorbeur. Si une présence d'acides gras est suspectée, appliquez le prétraitement suivant avant de conserver les échantillons avec de l'hydroxyde de sodium.

1. Acidifiez 500 ml d'échantillon à pH 6 ou 7 avec une dilution au 4/5 d'acide acétique glacial.
2. Versez l'échantillon dans une ampoule à décanter de 1 000 ml et ajoutez 50 ml d'hexane.
3. Bouchez l'ampoule et agitez pendant une minute. Laissez les couches se séparer.
4. Soutirez la couche inférieure dans un bécher de 600 ml. Si l'échantillon doit être conservé, ajoutez suffisamment de solution étalon d'hydroxyde de sodium 5 N pour augmenter le pH au moins à 12.

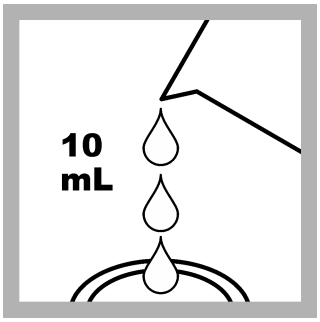
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

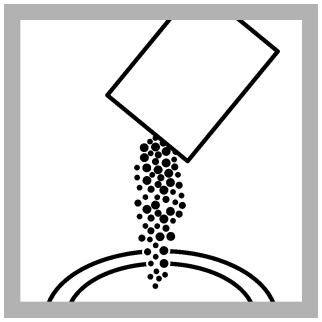


1. Lancez le programme **160 Cyanide**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

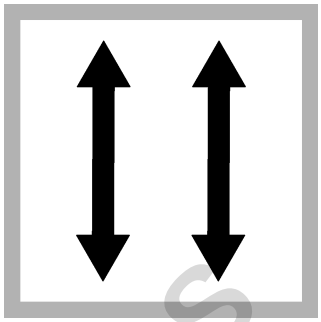
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



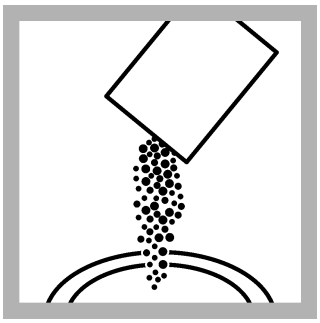
2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



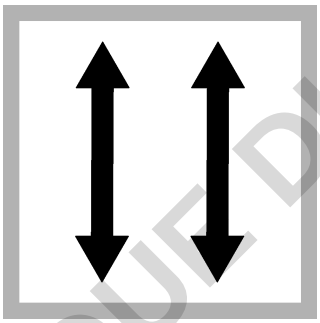
3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif pour cyanure CyaniVer 3.



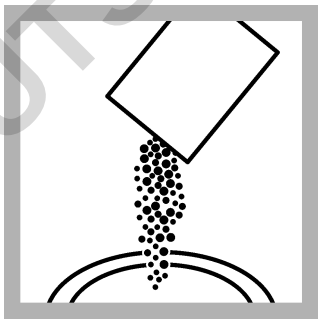
4. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez la cuve d'échantillon pendant 30 secondes. Laissez la cuve d'échantillon reposer pendant 30 autres secondes.



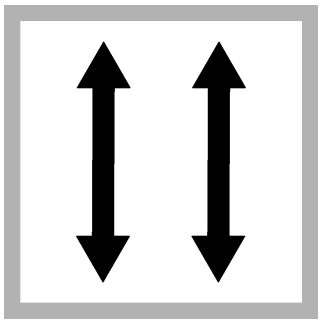
5. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre de réactif pour cyanure CyaniVer 4.



6. Fermez la cuve d'échantillon. Agitez la cuve d'échantillon pendant 10 secondes. Passez immédiatement à l'étape suivante. Un temps mort de plus de 30 secondes produira des résultats faibles.



7. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif pour cyanure CyaniVer 5.



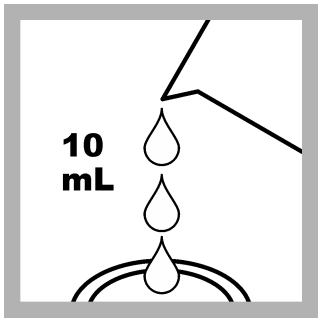
8. Fermez la cuve d'échantillon. Agitez vigoureusement la cuve d'échantillon.
Si l'échantillon contient du cyanure, une couleur rose apparaît.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

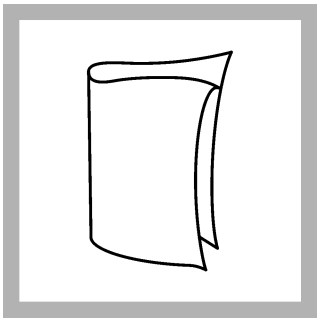


9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 30 minutes commence.

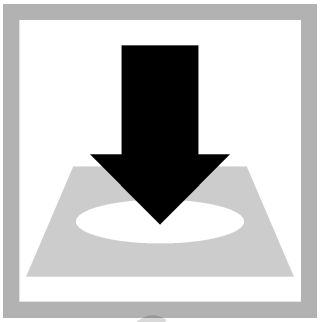
La solution vire au rose, puis au bleu. Les échantillons dont la température est inférieure à 25 °C nécessitent un temps de réaction plus long. Les échantillons à une température supérieure à 25 °C produisent des résultats faibles.



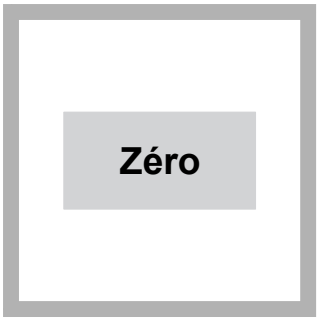
10. Préparation du blanc : à la fin de la minuterie, remplissez une deuxième cuve avec 10 ml d'échantillon.



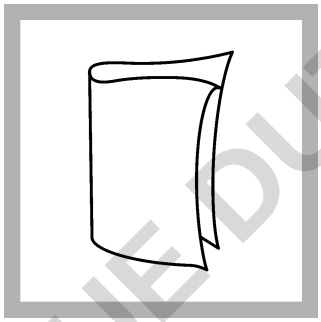
11. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



12. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 mg/l CN^-.



14. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



15. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l CN^-.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Chlore	Une concentration élevée en chlore dans l'échantillon génère un précipité blanc laiteux après addition du réactif CyaniVer® 5. Si la présence de chlore ou d'autres agents oxydants est connue, prétraitez l'échantillon avant l'analyse en appliquant la procédure indiquée dans ce tableau pour les agents oxydants.
Métaux	Le nickel ou le cobalt à des concentrations jusqu'à 1 mg/l ne créent pas d'interférences. Eliminez les interférences de cuivre (jusqu'à 20 mg/l) et de fer (jusqu'à 5 mg/l) : ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif chélateur HexaVer dans une nouvelle portion d'échantillon et mélangez. Utilisez cet échantillon traité au cours de la procédure d'analyse. Préparez un blanc de réactif à l'eau désionisée et des réactifs pour régler le zéro de l'appareil.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Agents oxydants	**1.** Ajustez une portion de 25 ml de l'échantillon alcalin sur le pH 7 à 9 avec une solution étalon d'acide chlorhydrique 2,5 N. Comptez le nombre de gouttes d'acide ajoutées. **2.** Ajoutez deux gouttes de solution d'iodure de potassium et deux gouttes de solution témoin d'amidon dans l'échantillon. Faites tourner pour mélanger. L'échantillon vire au bleu en présence d'agents oxydants. **3.** Ajoutez de la solution d'arsénite de sodium au goutte à goutte, jusqu'à ce que l'échantillon devienne incolore. Faites bien tourner l'échantillon entre chaque goutte. Comptez le nombre de gouttes. **4.** Prenez 25 ml d'échantillon supplémentaires et ajoutez le nombre total de gouttes de solution étalon d'acide chlorhydrique comptées au cours de l'étape 1. **5.** Soustrayez une goutte de la quantité de solution d'arsénite de sodium ajoutée au cours de l'étape 3. Ajoutez cette quantité dans l'échantillon et mélangez bien. Utilisez cet échantillon traité au cours de la procédure d'analyse du cyanure.
Agents réducteurs	**1.** Ajustez une portion de 25 ml de l'échantillon alcalin sur le pH 7 à 9 avec une solution étalon d'acide chlorhydrique 2,5 N. Comptez le nombre de gouttes ajoutées. **2.** Ajoutez quatre gouttes de solution d'iodure de potassium et quatre gouttes de solution témoin d'amidon dans l'échantillon. Faites tourner pour mélanger. L'échantillon doit être incolore. **3.** Ajoutez de l'eau de brome goutte à goutte jusqu'à ce qu'une couleur bleue se forme. Faites bien tourner l'échantillon entre chaque addition. Comptez le nombre de gouttes. **4.** Prenez 25 ml d'échantillon supplémentaires et ajoutez le nombre total de gouttes de solution étalon d'acide chlorhydrique comptées au cours de l'étape 1. **5.** Ajoutez le nombre total de gouttes d'eau de brome comptées au cours de l'étape 3 dans l'échantillon et mélangez bien. **6.** Utilisez cet échantillon traité au cours de la procédure d'analyse du cyanure.
Turbidité	Un niveau élevé de turbidité renvoie des mesures élevées. Utilisez du papier-filtre et un entonnoir pour filtrer les échantillons d'eau présentant une forte turbidité. Utilisez l'échantillon filtré pour la préparation du blanc et de l'échantillon lors de la procédure d'analyse. Les résultats de l'analyse doivent ensuite être reportés en tant que cyanure soluble.

Distillation acide

Tous les échantillons à analyser pour déterminer la teneur en cyanure doivent subir une distillation acide, sauf si l'expérience a démontré qu'il n'y a pas de différence entre les résultats obtenus avec ou sans distillation. Avec la plupart des composés, un reflux d'une heure convient.

Si du thiocyanate est présent dans l'échantillon initial, une distillation est absolument nécessaire car le thiocyanate produit une interférence positive. Des concentrations élevées de thiocyanate peuvent générer une quantité substantielle de sulfure dans le distillat. L'odeur « d'œuf pourri » du sulfure d'hydrogène se dégage du distillat lorsque des sulfures sont présents. Le sulfure doit être éliminé du distillat avant l'analyse.

En l'absence de cyanure, la quantité de thiocyanate peut être déterminée. L'échantillon n'est pas distillé et la mesure finale est multipliée par 2,2 pour obtenir un résultat en mg/l SCN^-.

Le distillat peut être analysé et traité pour éliminer le sulfure après la fin de la distillation en appliquant la procédure suivante de traitement à l'acétate de plomb.

1. Placez une goutte de distillat (déjà dilué à 250 ml) sur un disque de papier réactif au sulfure d'hydrogène qui a été mouillé avec une solution tampon de pH 4.
2. Si le papier réactif noircit, ajoutez une solution étalon d'acide chlorhydrique 2,5 N goutte à goutte au distillat jusqu'à obtention d'un pH neutre.
3. Ajoutez une mesure d'un gramme d'acétate de plomb au distillat et agitez l'ensemble. Répétez l'étape 1.
4. Si le papier réactif continue à noircir, ajoutez de l'acétate de plomb jusqu'à ce que l'analyse du sulfure soit négative. Filtrez le précipité noir de sulfure de plomb à travers un papier-filtre et avec un entonnoir. Cet échantillon doit maintenant être neutralisé au pH 7 et analysé sans délai pour déterminer la présence de cyanure.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure de distillation

Les instructions suivantes décrivent la technique de distillation au moyen du distillateur et de la verrerie pour cyanure fournie par le fabricant :

1. Installez le distillateur pour la reprise du cyanure, en laissant de côté le tube de sûreté. Reportez-vous au manuel du distillateur. Ouvrez l'arrivée d'eau et assurez-vous qu'elle circule librement dans le condenseur.
2. Remplissez l'éprouvette du distillateur jusqu'au repère de 50 ml avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 0,25 N.
3. Remplissez une éprouvette graduée propre de 250 ml jusqu'au repère de 250 ml avec de l'échantillon, puis versez-le dans le flacon de distillation. Placez une barre d'agitation dans le flacon et joignez le tube de sûreté.
4. Mettez en place le système de mise sous vide comme indiqué dans le manuel du distillateur, mais ne branchez pas les tuyaux du système de vide sur le barboteur de gaz. Ouvrez entièrement l'arrivée d'eau de la trompe et réglez le débit sur 0,5 SCFH.
5. Branchez les tuyaux du système de vide sur le barboteur de gaz, en vous assurant que le débit d'air est préservé (vérifiez le débitmètre) et que l'air fait des bulles depuis le tube de sûreté et le barboteur de gaz.
6. Mettez l'appareil sous tension et réglez la commande d'agitation sur 5. En utilisant une éprouvette graduée de 50 ml, versez 50 ml de solution étalon d'acide sulfurique 19,2 N dans le tube de sûreté qui débouche dans le flacon de distillation.
7. En utilisant un flacon d'eau, rincez le tube de sûreté avec une petite quantité d'eau désionisée.
8. Laissez la solution se mélanger pendant 3 minutes, puis ajoutez 20 ml de réactif chlorure de magnésium au moyen du tube de sûreté et rincez à nouveau. Laissez la solution se mélanger pendant 3 minutes supplémentaires.
9. Assurez-vous que le débit de l'eau reste constant dans le condenseur.
10. Réglez le contrôle de température sur 10.
11. Surveillez attentivement le flacon de distillation à ce stade de la procédure. Lorsque l'échantillon commence à bouillir, réduisez doucement le débit d'air et ramenez-le à 0,3 SCFH. Si le contenu du flacon de distillation commence à remonter par le tube de sûreté, augmentez le débit d'air en réglant le débitmètre de sorte que le contenu ne remonte plus à travers le tube de sûreté. Faites bouillir l'échantillon pendant 1 heure.
12. Au bout d'une heure, arrêtez le distillateur, mais maintenez le débit d'air pendant 15 minutes supplémentaires.
13. Au bout des 15 minutes, enlevez le bouchon en caoutchouc du flacon de 500 ml pour casser le vide et coupez l'arrivée d'eau de la trompe. Coupez l'arrivée d'eau du condenseur.
14. Enlevez le barboteur de gaz/l'éprouvette du distillateur. Séparez le barboteur de gaz de l'éprouvette et versez le contenu de cette éprouvette dans un flacon jaugé de 250 ml, classe A. Rincez le barboteur de gaz, l'éprouvette et le connecteur de tuyau en J à l'eau désionisée et ajoutez l'eau de rinçage dans le flacon jaugé.
15. Remplissez le flacon jusqu'au repère avec de l'eau désionisée et mélangez bien. Neutralisez le contenu du flacon. Utilisez l'échantillon distillé au cours de la procédure d'analyse relative au cyanure.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi peuvent contenir du cyanure et doivent être mis au rebut avec les précautions propres aux matières dangereuses. Il est essentiel de manipuler ces substances de façon sécurisée afin d'éviter les émissions de cyanure d'hydrogène (un gaz très toxique à l'odeur d'amande). La plupart des composés du cyanure sont stables et peuvent être conservés sans danger en attendant leur mise au rebut, dans des solutions très alcalines (pH > 11) telles que l'hydroxyde de sodium 2 N. Ne mélangez en aucun cas ces déchets avec d'autres déchets de laboratoire pouvant contenir des

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

substances de pH inférieur, telles que les acides ou l'eau. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- 0,2503 g de cyanure de potassium
- Flacon jaugé de 1 l, classe A (2)
- Pipette jaugée de 2 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution mère de cyanure à 100 mg/l de la façon suivante :
   a. Ajoutez 0,2503 g de cyanure de potassium dans un flacon jaugé de 1 l.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez la solution mère chaque semaine.
2. Préparez une solution mère de cyanure à 0,200 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 2,00 ml de cyanure à 100 mg/l dans un flacon jaugé de 1 l.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez la solution étalon juste avant son usage.
3. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
4. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
160	0,100 mg/l CN^-	0,090–0,110 mg/l CN^-	0,002 mg/l CN^-

Résumé de la méthode

La méthode Pyridine-pyrazalone utilisée pour les mesures du cyanure produit une couleur bleu intense en présence de cyanure libre. L'échantillon doit être distillé pour déterminer le cyanure qui est combiné avec les métaux de transition et lourds. La longueur d'onde de mesure est de 612 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour cyanure, CyaniVer, 10 ml	1	1	2430200
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif pour cyanure CyaniVer® 3, 10 ml	1	Lot de 100	2106869
Sachet de poudre de réactif pour cyanure CyaniVer® 4, 10 ml	1	Lot de 100	2106969
Sachet de poudre de réactif pour cyanure CyaniVer® 5, 10 ml	1	Lot de 100	2107069

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 10 ml	1	1	50838
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1	Lot de 6	1448000

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Cyanure de potassium, ACS	125 g	76714
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Acide acétique, ACS	500 ml	10049
Acide ascorbique	100 g	613826
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Solution tampon, pH 4	500 ml	1222349
Filtre, papier, 2–3 microns, plissé, 12,5 cm	Lot de 100	189457
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Solution d'hexane, ACS	500 ml	1447849
Sachets de poudre de réactif chélateur HexaVer	Lot de 100	24399
Solution étalon d'acide chlorhydrique, 2,5 N	100 ml CGG	141832
Papier réactif pour sulfure d'hydrogène	Lot de 100	2537733
Solution témoin de m-nitrophénol	100 ml	247632
Réactif chlorure de magnésium	1 l	1476253
Iodure de potassium, 30 g/l	100 ml	34332
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 0,25 N	1 000 ml	1476353
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	1 l	245053
Solution témoin d'amidon	100 ml CGG	34932
Solution étalon d'acide sulfurique, 19,2 N	500 ml	203849

Réactifs et appareils en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Matériel en verre pour cyanure	1	2265800
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 115 V c.a.	1	2274400
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 230 V c.a.	1	2274402
Appareil de distillation, usage général	1	2265300
Pipette, sérologique, 5 ml	1	53237
Pro-pipette	1	1465100
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Cuillère, mesure, 1 g	1	51000
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Acide cyanurique

DOC316.53.01183

Méthode turbidimétrique **Méthode 8139**

5 à 50 mg/l (spectrophotomètres) **Sachets de poudre**

7 à 55 mg/l (colorimètres)

Cadre d'application: Pour l'eau, les piscines et les eaux thermales.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Pour les méthodes turbidimétriques, installez le capuchon ou capot de tous les appareils avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Nettoyez les cuves d'échantillon au savon, à l'eau et avec une brosse rapidement après chaque analyse afin d'éviter la formation d'un film sur les cuves d'échantillon.
Filtrez les échantillons troubles avec du papier-filtre et un entonnoir.
N'utilisez pas la cuve à circulation ou le module par aspiration (pour les appareils concernés) pour cette analyse.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

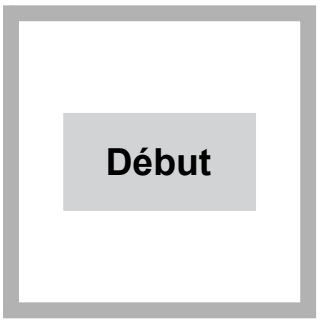
Description	Quantité
Flacon, mélangeur, verre carré	1
Sachet de poudre de réactif 2 pour acide cyanurique	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument specific information PP.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 4 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Les échantillons doivent être analysés dans les 24 heures.

Méthode turbidimétrique

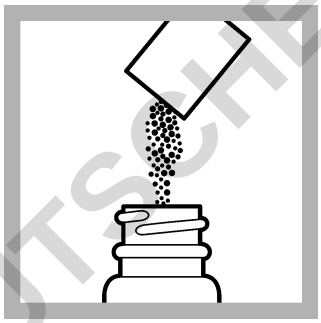


1. Lancez le programme **170 Cyanuric Acid**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument specific information PP.

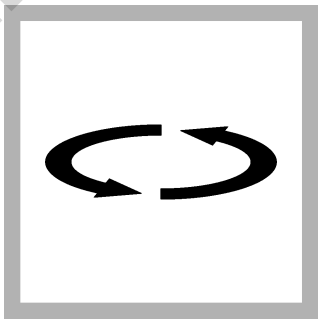
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez un flacon avec l'échantillon jusqu'au repère de 25 ml. Pour les appareils qui réalisent les mesures avec une cuve d'échantillon de 25 ml, préparez l'échantillon directement dans la cuve d'échantillon.



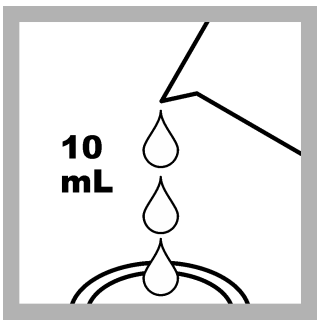
3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif 2 à l'acide cyanurique.



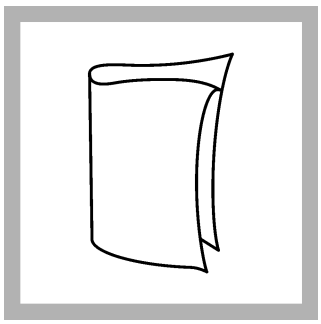
4. Faites tourner pour mélanger.
Une fois le réactif ajouté, une turbidité blanche devient visible en présence d'acide cyanurique dans l'échantillon. La précision n'est pas affectée par la présence de poudre non dissoute.



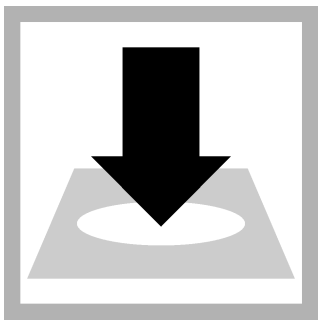
5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



6. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon n'ayant subi aucune réaction.

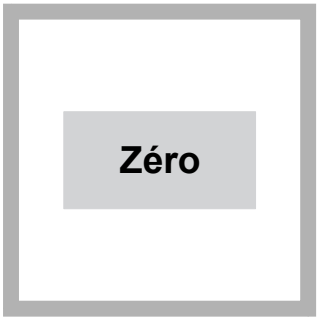


7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

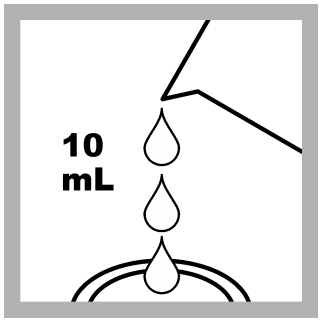


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

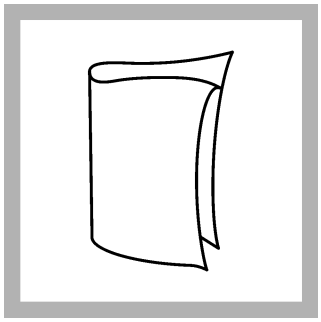
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



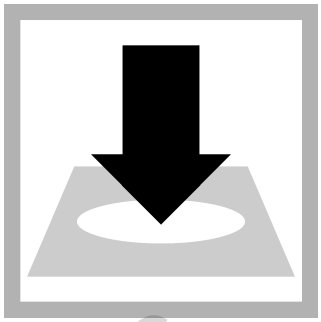
9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l (acide cyanurique).



10. A la fin de la minuterie, remplissez une deuxième cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon préparé provenant du flacon de mélange.



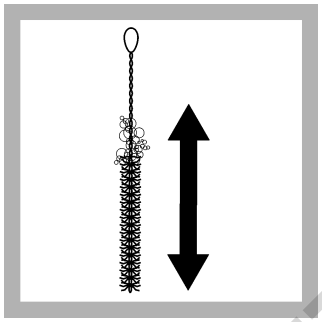
11. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



12. Sous 7 minutes à compter de l'ajout de réactif, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/L (acide cyanurique).



14. Nettoyez les cuves d'échantillon au savon, à l'eau et avec une brosse juste après chaque analyse. Les cuves qui ne sont pas nettoyées provoquent la formation d'un film blanc dans la cuve d'échantillon.

Interférences

La turbidité interfère. Filtrez les échantillons turbides avant de commencer l'analyse.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- 1,000 g d'acide cyanurique
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 3 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution mère de acide cyanurique à 1 000 mg/l de la façon suivante :

a. Ajoutez 1,000 g d'acide cyanurique dans un flacon jaugé de 1 l. Ajoutez plusieurs centaines de ml d'eau désionisée et mélangez bien. La dissolution de l'acide cyanurique peut prendre plusieurs heures.

b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Cette solution reste stable pendant plusieurs semaines.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

2. Préparez une solution mère de acide cyanurique à 30 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 3,00 ml d'acide cyanurique à 1 000 mg/l dans un flacon jaugé de 100 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez la solution étalon chaque jour.
3. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
4. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
170	Acide cyanurique à 10 mg/l	Acide cyanurique à 7–13 mg/l	à 10 et 30 mg/l : 0,3 mg/l ; à 50 mg/l : acide cyanurique à 0,4 mg/l

Résumé de la méthode

L'analyse de détection d'acide cyanurique se fait avec la méthode turbidimétrique. Le réactif 2 à l'acide cyanurique précipite tout acide cyanurique contenu dans l'échantillon et le maintient en suspension. L'intensité de la turbidité provoquée par les particules en suspension est directement proportionnelle à la quantité d'acide cyanurique dans l'échantillon. La longueur d'onde de mesure est de 480 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif 2 pour acide cyanurique	1	Lot de 50	246066

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Flacon, carré, avec repère de 25 ml	1	1	1704200
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Acide cyanurique	25 g	712924
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Balance, 600 g x 0,01 g, 100 à 240 V c.a.	1	2937201
Brosse, tube à essai	1	69000
Filtre, papier, 2–3 microns, plissé, 12,5 cm	Lot de 100	189457
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml, certifié	1	2636642
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml, certifié	1	2636653
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Détergent Liqui-Nox sans phosphate	946 ml	2088153
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Pipette, jaugée, classe A, 3 ml	1	1451503
Pro-pipette	1	1465100

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Fluorure

DOC316.53.01041

Méthode SPADNS de l'USEPA[1]

Méthode 8029

0,02 à 2,00 mg/l F^-

Solution de réactif ou ampoules AccuVac®

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer ; agréée USEPA pour les rapports d'analyse de l'eau potable et des eaux résiduaires (distillation requise).[2]

[1] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires), 4500-F B & D.

[2] Cette procédure est équivalente à la méthode USEPA 340.1 pour l'eau potable et les eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le trait de remplissage est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur
DR 6000 DR 5000 DR 900	—
DR 3900	LZV846 (A)
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
L'échantillon et l'eau désionisée doivent être à la même température (±1 °C). Vous pouvez ajuster la température avant ou après l'ajout de réactifs.
Assurez-vous que les cuves d'échantillon sont propres et sèches avant l'analyse.
Mesurez avec précision le volume du réactif. Utilisez une pipette jaugée ou haute précision si possible.
Le réactif intervenant dans cette analyse est corrosif et toxique. Utilisez des équipements de protection pour la peau et les yeux et tenez-vous prêt à nettoyer les débordements à l'eau courante.
Le réactif SPADNS contient de l'arsénite de sodium. Les solutions qui ont réagi doivent être mises au rebut conformément aux réglementations locales, nationales et fédérales.
Des variations mineures entre les lots de réactif deviennent mesurables au-dessus de 1,5 mg/l. Les résultats au-dessus de 1,5 mg/l sont exploitables dans la plupart des cas, mais il est recommandé de diluer l'échantillon afin de réduire la concentration pour obtenir des résultats plus précis.
N'utilisez pas la cuve à circulation ou le module par aspiration (pour les appareils concernés) pour cette analyse.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Solution de réactif

Description	Quantité
Solution de réactif SPADNS	4 ml
Eau désionisée	10 ml
Pipette, jaugée, 2 ml	1
Pipette, jaugée, 10 ml	1
Pro-pipette	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument-specific table PPAV.)	2
Thermomètre, -10 à 110 °C	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Réactif pour le fluorure SPADNS, ampoules AccuVac®	2
Eau désionisée	40 ml
Bécher, 50 ml	1
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2

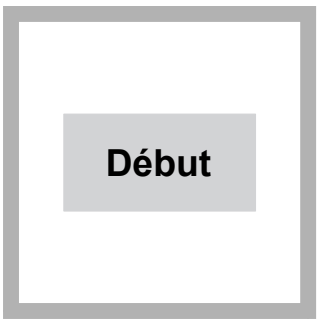
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Prise et stockage d'échantillons

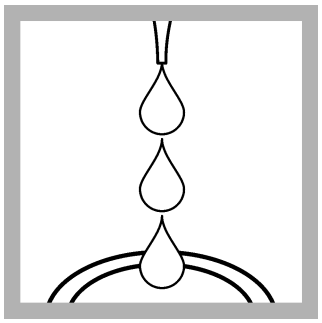
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Les échantillons peuvent être conservés pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Méthode avec une solution de réactif SPADNS

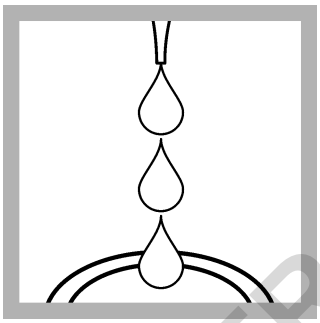


1. Lancez le programme **190 Fluoride**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument-specific table PPAV.

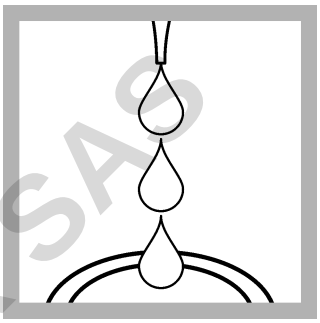
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



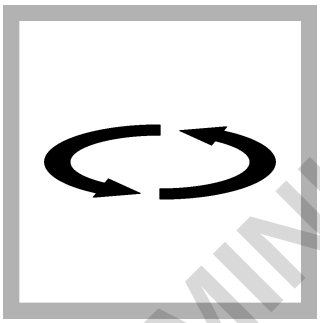
2. Préparation du blanc : utilisez une pipette pour ajouter 10,0 ml d'eau désionisée dans une cuve d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : utilisez une pipette pour ajouter 10,0 ml d'échantillon dans une cuve d'échantillon.



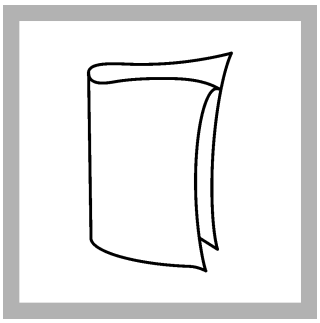
4. Utilisez une pipette pour ajouter 2,0 ml de solution de réactif SPADNS dans chaque cuve d'échantillon.



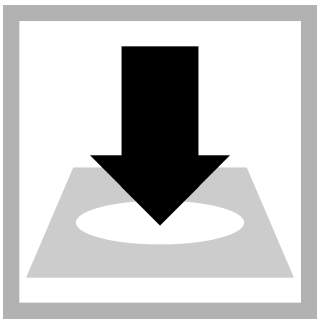
5. Faites tourner pour mélanger.



6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1 minute commence.

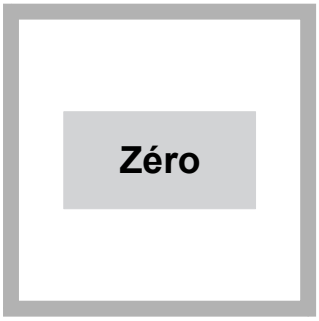


7. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

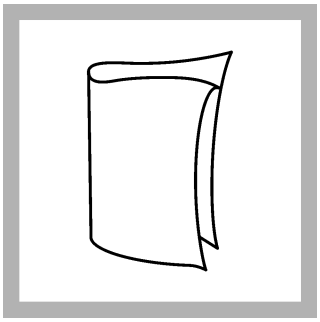


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

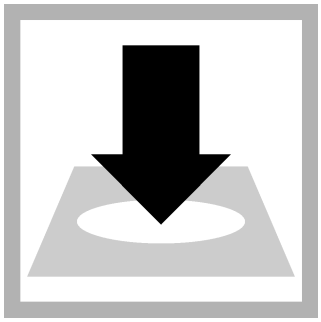
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l F^-.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

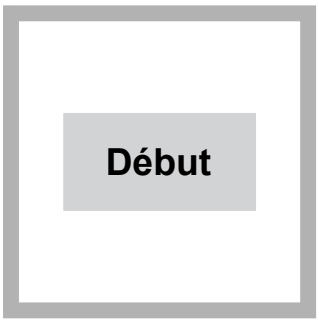


11. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



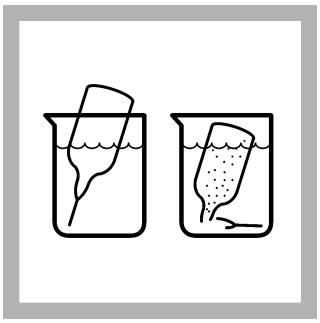
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l F^-.

Procédure avec une ampoule AccuVac



1. Lancez le programme **195 Fluoride AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument-specific table PPAV.

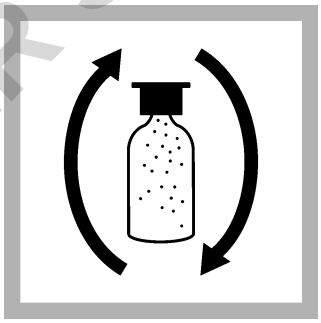
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : versez au moins 40 ml d'eau désionisée dans un bécher de 50 ml. Remplissez une ampoule AccuVac de réactif pour fluorure SPADNS avec de l'eau désionisée. Maintenez l'embout immergé pendant que l'ampoule se remplit complètement.



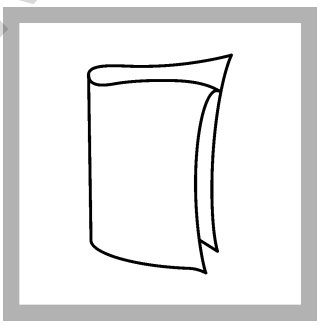
3. Préparation de l'échantillon : collectez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez la deuxième ampoule AccuVac de réactif pour fluorure SPADNS avec de l'échantillon. Maintenez l'embout immergé pendant que l'ampoule se remplit complètement.



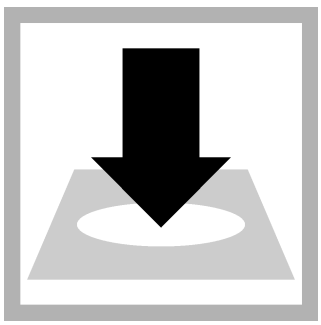
4. Retournez rapidement et plusieurs fois les ampoules AccuVac pour mélanger leur contenu.



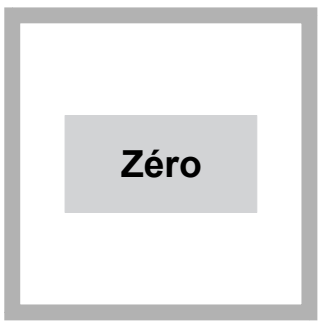
5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1 minute commence.



6. A la fin de la minuterie, nettoyez l'ampoule AccuVac de blanc.

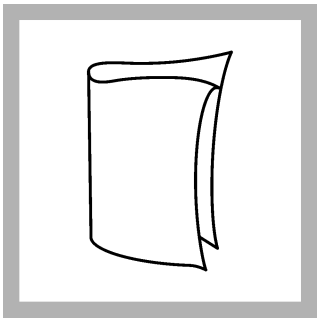


7. Insérez l'ampoule AccuVac de blanc dans le porte-cuve.

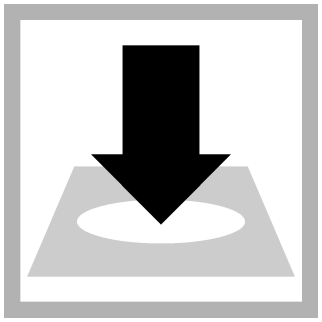


8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l F^-.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l F^-.

Interférences

Cette analyse est sensible à de petites quantités de contamination. La verrerie doit être parfaitement propre (rinçage à l'acide avant chaque utilisation). Répétez l'analyse avec la même verrerie pour vous assurer que les résultats sont exacts.

Substance interférente	Niveau d'interférence
Alcalinité (en $CaCO_3$)	A 5 000 mg/l, elle génère une erreur de –0,1 mg/l F^-.
Aluminium	A 0,1 mg/l, il génère une erreur de –0,1 mg/l F^-. Pour déterminer l'interférence de l'aluminium, mesurez la concentration 1 minute après l'addition de réactif, puis encore une fois après 15 minutes. Toute augmentation notable de la concentration laisse supposer une interférence de l'aluminium. Pour éliminer l'effet provoqué par l'aluminium (jusqu'à 3,0 mg/l), attendez 2 heures, puis prenez la mesure finale.
Chlorure	A 7 000 mg/l, il génère une erreur de +0,1 mg/l F^-.
Chlore	Le réactif SPADNS contient suffisamment d'arsénite pour supprimer du chlore lorsque la concentration est inférieure ou égale à 5 mg/l. Pour les concentrations de chlore plus élevées, ajoutez une goutte d'arsénite de sodium, 5,0 g/l, dans 25 ml d'échantillon pour éliminer le chlore supplémentaire par paliers de 2 mg/l.
Fer, ferrique	A 10 mg/l, il génère une erreur de –0,1 mg/l F^-.
Phosphate, ortho	A 16 mg/l, il génère une erreur de +0,1 mg/l F^-.
Hexamétaphosphate de sodium	A 1,0 mg/l, il génère une erreur de +0,1 mg/l F^-.
Sulfate	A 200 mg/l, il génère une erreur de +0,1 mg/l F^-.

Distillation

Pour éliminer la plupart des interférences, distillez l'échantillon, puis utilisez l'échantillon distillé lors de la procédure d'analyse.

Condition préalable – préparez la solution de distillation :

1. Mesurez 60 ml d'eau désionisée dans un Erlenmeyer en verre de 250 ml.
2. En agitant constamment, ajoutez 120 ml d'acide sulfurique concentré. **Attention : le mélange va devenir très chaud. Placez le flacon dans un bain de glace pour réduire la température de la solution.**

Procédure de distillation :

1. Installez le distillateur à usage général. Reportez-vous au manuel du distillateur pour plus de détails sur son installation.
2. Préparez un Erlenmeyer de 125 ml pour collecter le distillat.
3. Ouvrez l'arrivée d'eau et réglez-la de façon à assurer un débit régulier dans le condenseur.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

4. Utilisez une éprouvette graduée de 100 ml pour ajouter 100 ml d'échantillon dans le flacon de distillation.
5. Ajoutez une barre d'agitation magnétique et 5 microbilles de verre.
6. Mettez l'agitateur sous tension. Réglez la commande d'agitation sur 5.
7. Utilisez une éprouvette graduée de 250 ml pour ajouter avec précaution 150 ml de solution de distillation dans le flacon.

   Remarque : *en présence de concentrations élevées de chlorure, ajoutez à l'échantillon 5 mg de sulfate d'argent par mg/l de chlorure présent dans l'échantillon.*
8. Après avoir inséré le thermomètre, réglez le contrôle de température sur 10. Le témoin jaune indique que le système de chauffage est en marche.
9. Lorsque la température atteint 180 °C (356 °F), ou quand 100 ml de distillat sont recueillis (au bout d'environ une heure), arrêtez le distillateur.
10. Diluez le distillat à un volume de 100 ml, si nécessaire. Utilisez le distillat dilué lors de la procédure d'analyse.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent de l'arsénite de sodium et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon entrant dans la gamme d'analyse

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
190	1,00 mg/l F^-	0,97–1,03 mg/l F^-	0,024 mg/l F^-
195	1,00 mg/l F^-	0,92–1,08 mg/l F^-	0,03 mg/l F^-

Résumé de la méthode

La méthode SPADNS de détermination implique la réaction du fluorure avec une solution de teinture rouge à base de zirconium. Le fluorure se combine avec une partie du zirconium pour former un complexe incolore, ce qui blanchit la couleur rouge à une intensité proportionnelle à la concentration de fluorure. Cette méthode est acceptée par l'EPA dans le cadre des rapports NPDES et NPDWR lorsque les échantillons ont été distillés. Les échantillons d'eau de mer et d'eaux résiduaires nécessitent une distillation. La longueur d'onde de mesure est de 580 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution de réactif SPADNS	4 ml	500 ml	44449
OU			
Réactif pour fluorure SPADNS, ampoules AccuVac®	2	Lot de 25	2506025
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires nécessaires (solution)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pro-pipette	1	1	1465100
Pipette, jaugée, classe A, 2,00 ml	1	1	1451536
Pipette, jaugée, classe A, 10,00 ml	1	1	1451538
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402
Thermomètre, -10 à 110 °C	1	1	187701

Accessoires nécessaires (AccuVac)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Cuve d'échantillon, ronde, 10 ml, 25 x 54 mm	1	1	2122800
Cuve d'échantillon, ronde, 10 ml, 25 x 60 mm	1	Lot de 6	2427606

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de fluorure, 0,2 mg/l F^-	500 ml	40502
Solution étalon de fluorure, 0,5 mg/l F^-	500 ml	40505
Solution étalon de fluorure, 0,8 mg/l F^-	500 ml	40508
Solution étalon de fluorure, 1,0 mg/l F^-	1 000 ml	29153
Solution étalon de fluorure, 1,0 mg/l F^-	500 ml	29149
Solution étalon de fluorure, 1,2 mg/l F^-	500 ml	40512
Solution étalon de fluorure, 1,5 mg/l F^-	500 ml	40515
Solution étalon de fluorure, 2,0 mg/l F^-	500 ml	40520
Solution étalon de fluorure, 100 mg/l F–	500 ml	23249
Mélange d'étalon d'eau potable, produits inorganiques contenant F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 ml	2833049

Réactifs et appareils de distillation

Description	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 100 ml	1	50842
Eprouvette graduée, 250 ml	1	50846

Réactifs et appareils de distillation (suite)

Description	Unité	Réf.
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 115 V c.a.	1	2274400
OU		
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 230 V c.a.	1	2274402
ET		
Appareil de distillation, usage général	1	2265300
Erlenmeyer, 125 ml	1	2089743
Microbilles de verre	Lot de 100	259600
Barre d'agitation, magnétique	1	1076416
Acide sulfurique, ACS	500 ml	97949

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Sulfate d'argent	113 g	33414
Arsénite de sodium, 5 g/l	100 ml	104732
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac®	1	2405200
Racleurs, amovibles	Lot de 280	2097000

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Fluorure

DOC316.53.01184

Méthode SPADNS 2 de l'USEPA[1] **Méthode 10225**

0,02 à 2,00 mg/l F^- **Solution de réactif ou ampoules AccuVac®**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer ; agréée USEPA pour les rapports d'analyse de l'eau potable et des eaux résiduaires (distillation requise).[2]

[1] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires), 4500-F B & D.

[2] Cette procédure est équivalente à la méthode USEPA 340.1 pour l'eau potable et les eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le trait de remplissage est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur
DR 6000 DR 5000 DR 900	—
DR 3900	LZV846 (A)
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
L'échantillon et l'eau désionisée doivent être à la même température (±1 °C). Vous pouvez ajuster la température avant ou après l'ajout de réactifs.
Mesurez avec précision le volume du réactif. Utilisez une pipette jaugée ou haute précision si possible.
Si le résultat de l'analyse est hors de la gamme, diluez un nouvel échantillon avec un volume connu d'eau désionisée et refaites l'analyse. Multipliez le résultat par le facteur de dilution.
Des variations mineures entre les lots de réactif deviennent mesurables au-dessus de 1,5 mg/l. Les résultats au-dessus de 1,5 mg/l sont exploitables dans la plupart des cas, mais il est recommandé de diluer l'échantillon afin de réduire la concentration pour obtenir des résultats plus précis.
Le réactif SPADNS 2 contient un agent réducteur non toxique afin d'inhiber l'interférence du chlore. Le réactif SPADNS 2 ne contient pas d'arsénite de sodium.
Le réactif intervenant dans cette analyse est corrosif. Utilisez des équipements de protection pour la peau et les yeux et tenez-vous prêt à nettoyer les débordements à l'eau courante.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Analyse avec une solution de réactif

Description	Quantité
Pro-pipette	1
Pipette, jaugée, classe A, 2,00 ml	1
Pipette, jaugée, classe A, 10,00 ml	1
Solution de réactif 2 SPADNS	4 ml
Thermomètre	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument-specific table PPAV.)	2
Eau désionisée	10 ml

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Bécher, 50 ml	1
Réactif pour le fluorure SPADNS 2, ampoules AccuVac®	1
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2
Eau désionisée	40 ml

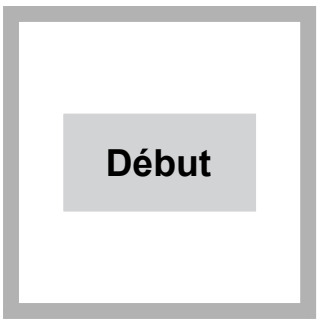
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Prise et stockage d'échantillons

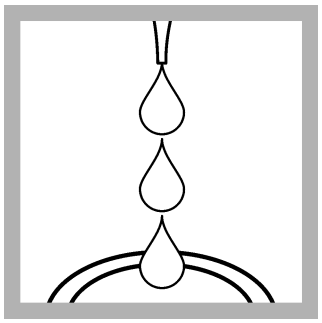
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Les échantillons peuvent être conservés pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Analyse avec une solution de réactif

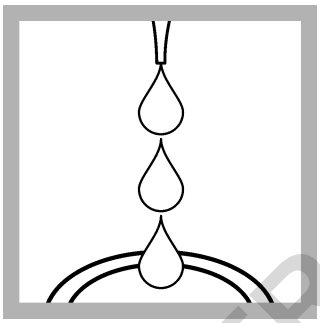


1. Lancez le programme **190 Fluoride**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument-specific table PPAV.

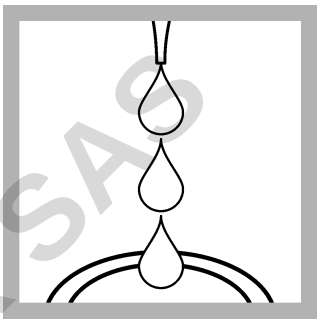
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



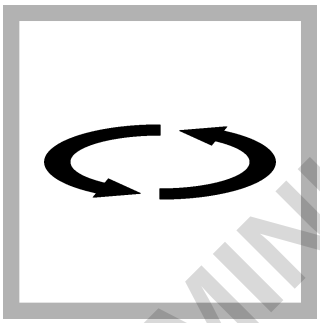
2. Préparation de l'échantillon : utilisez une pipette pour ajouter 10,0 ml d'échantillon dans une cuve d'échantillon sèche.



3. Préparation du blanc : utilisez une pipette pour ajouter 10 ml d'eau désionisée dans une cuve d'échantillon sèche.



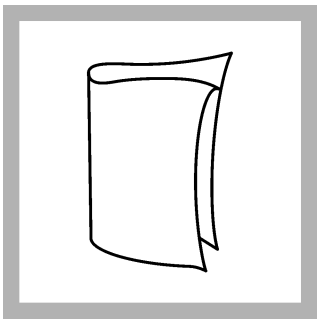
4. Utilisez une pipette pour ajouter 2,0 ml de Réactif 2 SPADNS dans chaque cuve.



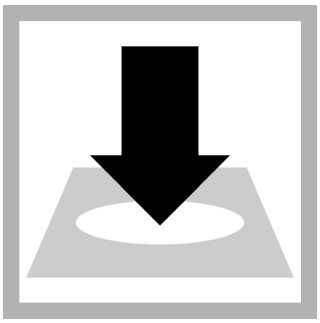
5. Faites tourner pour mélanger.



6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1 minute commence.

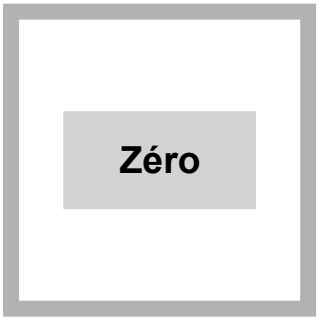


7. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

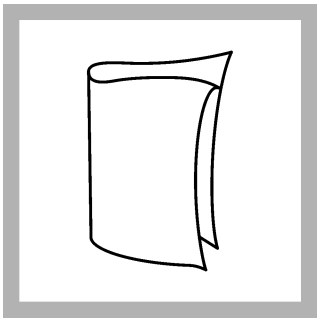


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

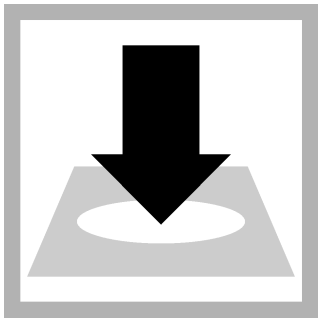
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l F^-.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

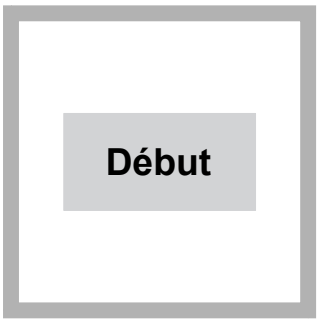


11. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



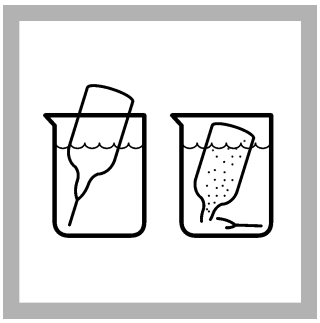
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l F^-.

Analyse avec une ampoule AccuVac



1. Lancez le programme **195 Fluoride AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument-specific table PPAV.

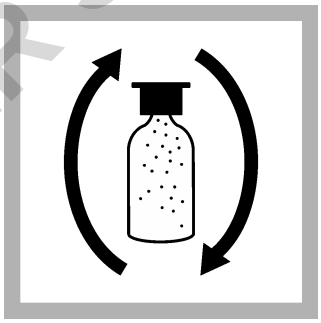
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



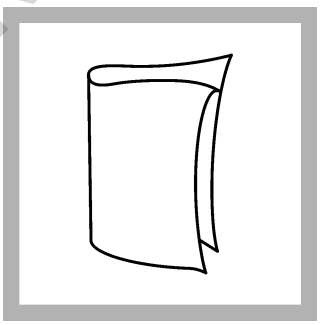
3. Préparation du blanc : versez au moins 40 ml d'eau désionisée dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'eau désionisée. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



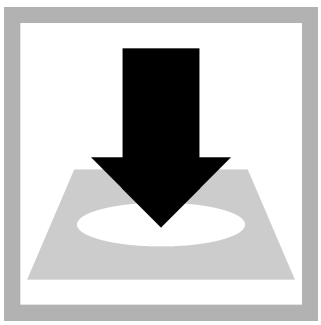
4. Retournez rapidement et plusieurs fois les ampoules AccuVac pour mélanger leur contenu.



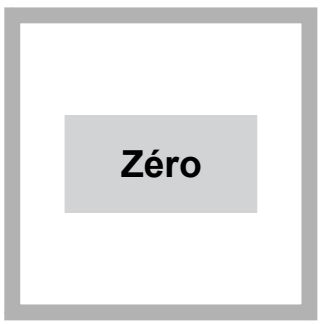
5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1 minute commence.



6. A la fin de la minuterie, nettoyez l'ampoule AccuVac de blanc.

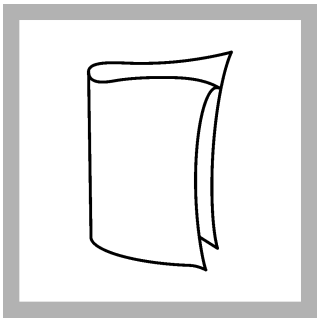


7. Insérez l'ampoule AccuVac de blanc dans le porte-cuve.

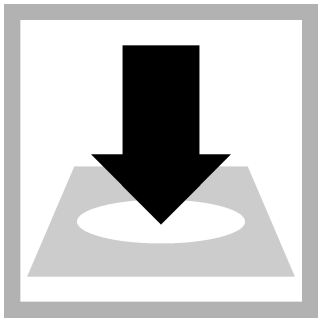


8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l F^-.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l F^-.

Interférences

Cette analyse est sensible à de petites quantités de contamination. La verrerie doit être parfaitement propre (rinçage à l'acide avant chaque utilisation). Répétez l'analyse avec la même verrerie pour vous assurer que les résultats sont exacts.

Substance interférente	Niveau d'interférence
Alcalinité (en $CaCO_3$)	A 5 000 mg/l, elle génère une erreur de –0,1 mg/l F^-.
Aluminium	A 0,1 mg/l, il génère une erreur de –0,1 mg/l F. Pour déterminer l'interférence de l'aluminium, mesurez la concentration 1 minute après l'addition de réactif, puis encore une fois après 15 minutes. Toute augmentation notable de la concentration laisse supposer une interférence de l'aluminium. Pour éliminer l'effet provoqué par l'aluminium (jusqu'à 3,0 mg/l), attendez 2 heures, puis prenez la mesure finale.
Chlorure	A 7 000 mg/l, il génère une erreur de +0,1 mg/l F^-.
Chlore	Le réactif 2 SPADNS contient suffisamment de réducteurs non toxiques pour supprimer des interférences du chlore à des concentrations pouvant atteindre 5 mg/l. Pour les concentrations de chlore plus importantes : **1.** Diluez l'échantillon avec de l'eau désionisée à un facteur suffisant, de façon à faire passer la concentration de chlore en dessous de 5 mg/l. **2.** Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de fluorure. **3.** Multipliez le résultat par le facteur de dilution pour obtenir la concentration de fluorure en mg/l.
Fer, ferrique	A 10 mg/l, il génère une erreur de –0,1 mg/l F^-.
Phosphate, ortho	A 16 mg/l, il génère une erreur de +0,1 mg/l F^-.
Hexamétaphosphate de sodium	A 1,0 mg/l, il génère une erreur de +0,1 mg/l F^-.
Sulfate	A 200 mg/l, il génère une erreur de +0,1 mg/l F^-.

Distillation

Pour éliminer la plupart des interférences, distillez l'échantillon, puis utilisez l'échantillon distillé lors de la procédure d'analyse.

Condition préalable – préparez la solution de distillation :

1. Mesurez 60 ml d'eau désionisée dans un Erlenmeyer en verre de 250 ml.
2. En agitant constamment, ajoutez 120 ml d'acide sulfurique concentré. **Attention : le mélange va devenir très chaud. Placez le flacon dans un bain de glace pour réduire la température de la solution.**

Procédure de distillation :

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1. Installez le distillateur à usage général. Reportez-vous au manuel du distillateur pour plus de détails sur son installation.
2. Préparez un Erlenmeyer de 125 ml pour collecter le distillat.
3. Ouvrez l'arrivée d'eau et réglez-la de façon à assurer un débit régulier dans le condenseur.
4. Utilisez une éprouvette graduée de 100 ml pour ajouter 100 ml d'échantillon dans le flacon de distillation.
5. Ajoutez une barre d'agitation magnétique et 5 microbilles de verre.
6. Mettez l'agitateur sous tension. Réglez la commande d'agitation sur 5.
7. Utilisez une éprouvette graduée de 250 ml pour ajouter avec précaution 150 ml de solution de distillation dans le flacon.

   Remarque : *en présence de concentrations élevées de chlorure, ajoutez à l'échantillon 5 mg de sulfate d'argent par mg/l de chlorure présent dans l'échantillon.*
8. Après avoir inséré le thermomètre, réglez le contrôle de température sur 10. Le témoin jaune indique que le système de chauffage est en marche.
9. Lorsque la température atteint 180 °C (356 °F), ou quand 100 ml de distillat sont recueillis (au bout d'environ une heure), arrêtez le distillateur.
10. Diluez le distillat à un volume de 100 ml, si nécessaire. Utilisez le distillat dilué lors de la procédure d'analyse.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon entrant dans la gamme d'analyse.

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
190	1,00 mg/l F^-	0,97–1,03 mg/l F^-	0,024 mg/l F^- à 1 mg/l
195	1,00 mg/l F^-	0,92–1,08 mg/l F^-	0,03 mg/l F^- à 1 mg/l

Résumé de la méthode

La méthode SPADNS 2 de détermination implique la réaction du fluorure avec une solution de teinture rouge à base de zirconium. Le fluorure se combine avec une partie du zirconium pour former un complexe incolore, ce qui blanchit la couleur rouge à une intensité proportionnelle à la concentration de fluorure. Cette méthode est équivalente à celle de l'EPA dans le cadre des rapports NPDES et NPDWR lorsque les échantillons ont été distillés. Les échantillons d'eau de mer et d'eaux résiduaires nécessitent une distillation. La longueur d'onde de mesure est de 580 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution de réactif 2 SPADNS	4 ml	500 ml	2947549
OU			
Réactif pour le fluorure SPADNS 2, ampoules AccuVac®	2	Lot de 25	2527025
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pro-pipette	1	1	1465100
Pipette, jaugée, classe A, 2,00 ml	1	1	1451536
Pipette, jaugée, classe A, 10,00 ml	1	1	1451538
Thermomètre	1	1	2635700
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de fluorure, 0,2 mg/l F^-	500 ml	40502
Solution étalon de fluorure, 0,5 mg/l F^-	500 ml	40505
Solution étalon de fluorure, 0,8 mg/l F^-	500 ml	40508
Solution étalon de fluorure, 1,0 mg/l F^-	1 000 ml	29153
Solution étalon de fluorure, 1,0 mg/l F^-	500 ml	29149
Solution étalon de fluorure, 1,2 mg/l F^-	500 ml	40512
Solution étalon de fluorure, 1,5 mg/l F^-	500 ml	40515
Solution étalon de fluorure, 2,0 mg/l F^-	500 ml	40520
Solution étalon de fluorure, 100 mg/l F–	500 ml	23249
Mélange d'étalon d'eau potable, produits inorganiques contenant F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 ml	2833049

Réactifs et appareils de distillation

Description	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 100 ml	1	50842
Eprouvette graduée, 250 ml	1	50846
Appareil de distillation, usage général	1	2265300
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 115 V c.a.	1	2274400
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 230 V c.a.	1	2274402
Erlenmeyer, 125 ml	1	2089743
Erlenmeyer, 250 ml	1	50546

Réactifs et appareils de distillation (suite)

Description	Unité	Réf.
Microbilles de verre	Lot de 100	259600
Barre d'agitation, magnétique	1	1076416
Acide sulfurique, ACS	500 ml	97949

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Sulfate d'argent	113 g	33414
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Papier, pour pesée, 100 x 100 mm	Lot de 500	1473885

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Dureté, calcium et magnésium

DOC316.53.01043

Méthode colorimétrique à la calmagite

Méthode 8030

0,05 à 4,00 mg/l Ca et Mg en $CaCO_3$

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour des résultats aussi précis que possible lors de la détermination du magnésium, maintenez la température de l'échantillon entre 21 et 29 °C (70–84 °F).
Cette analyse détecte toute contamination au calcium ou magnésium dans l'éprouvette de mélange, le compte-gouttes ou les cuves d'échantillon. Pour assurer la propreté, répétez cette analyse jusqu'à ce que les résultats concordent.
La dureté totale en mg/l est égale au nombre de mg/l de Ca en $CaCO_3$ plus le nombre de mg/l de Mg en $CaCO_3$.
Les traces d'EDTA ou d'EGTA provenant des analyses précédentes faussent les résultats. Rincez soigneusement les cuves d'échantillon avant chaque utilisation.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

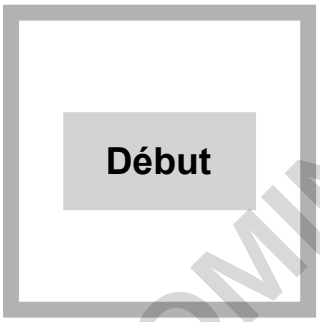
Description	Quantité
Solution alcaline, pour les analyses de calcium et magnésium	1 ml
Solution témoin de calcium et magnésium	1 ml
Solution EDTA, 1 M	1 goutte
Solution EGTA	1 goutte
Eprouvette graduée de mélange, 100 ml	1
Compte-gouttes, mesure, 0,5 et 1,0 ml	2
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	3

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

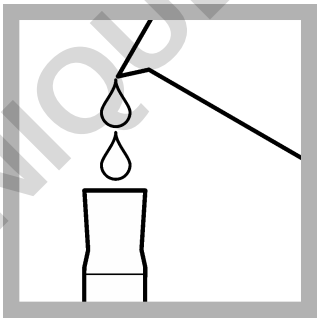
- Prélevez les échantillons dans des flacons en plastique propres préalablement nettoyés à l'acide chlorhydrique 6 N (50 %) et rincés à l'eau désionisée. Rincez trois fois le flacon avec de l'échantillon, avant le prélèvement.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique à 50 % (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 3–8 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure d'analyse

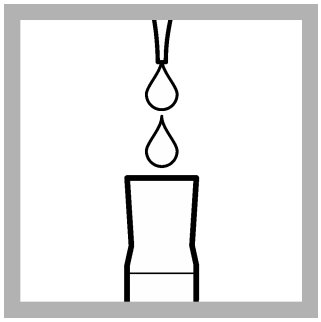


1. Lancez le programme **225 Hardness, Mg**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

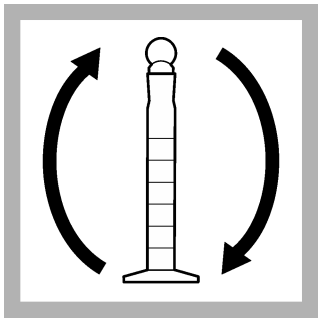
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Versez 100 ml d'échantillon dans une éprouvette graduée de 100 ml pour mélange.

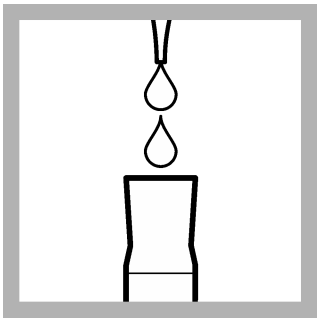


3. Utilisez un compte-gouttes de 1,0 ml pour ajouter 1,0 ml de solution témoin de calcium et magnésium.

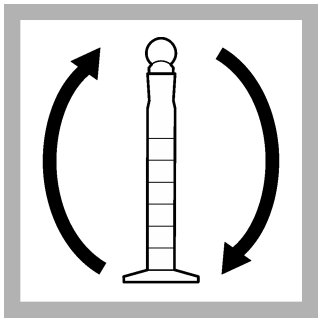


4. Bouchez l'éprouvette de mélange. Retournez-la plusieurs fois pour procéder au mélange.

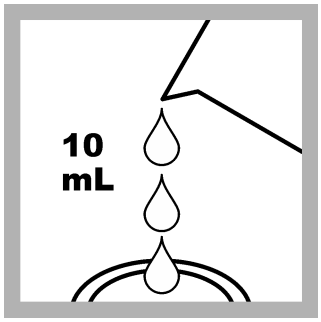
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



5. Utilisez un compte-gouttes de 1,0 ml pour ajouter 1,0 ml de solution alcaline pour l'analyse du calcium et du magnésium.



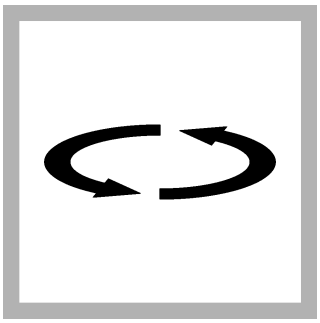
6. Bouchez l'éprouvette de mélange. Retournez-la plusieurs fois pour procéder au mélange.



7. Versez 10 ml de cette solution dans chacune des trois cuves d'échantillon.



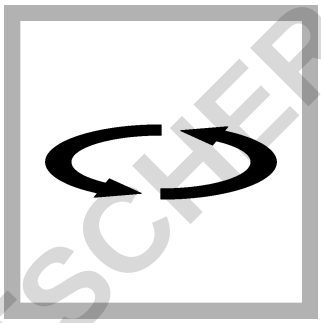
8. Préparation du blanc : ajoutez 1 goutte de solution EDTA 1 M dans la première cuve d'échantillon.



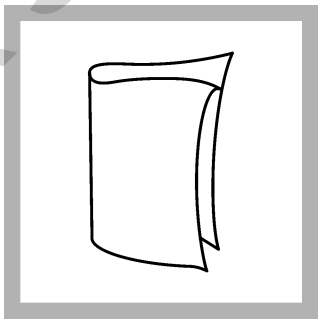
9. Faites tourner pour mélanger.



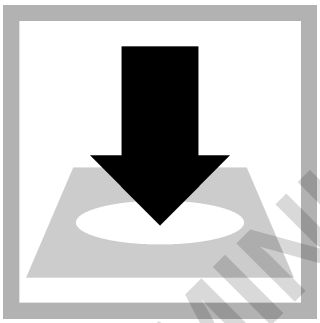
10. Echantillon de magnésium : ajoutez 1 goutte de solution EGTA dans la deuxième cuve d'échantillon.



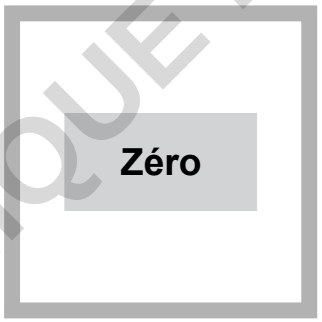
11. Faites tourner pour mélanger.



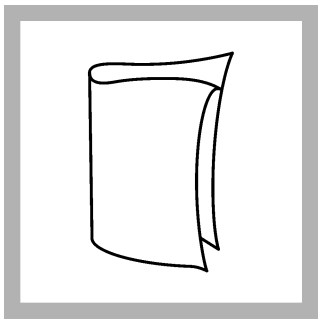
12. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



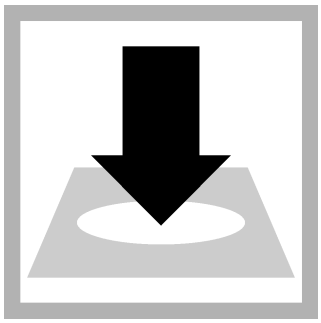
13. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



14. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l $CaCO_3$.

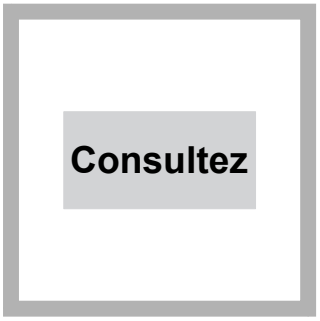


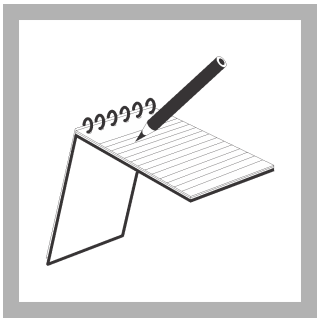
15. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

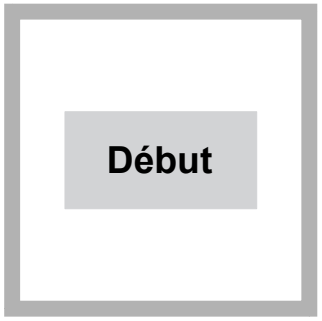


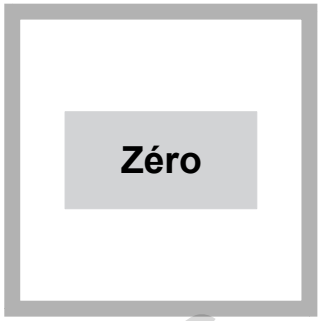
16. Echantillon de magnésium : insérez la cuve d'échantillon de magnésium préparé dans le porte-cuve.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS







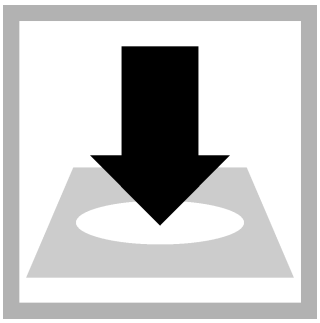


17. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l de magnésium en carbonate de calcium. Cette valeur correspond à la quantité de magnésium dans l'échantillon exprimée en $CaCO_3$.

18. Ne retirez pas la cuve d'échantillon de l'appareil. Notez la valeur ou sélectionnez **STORE** (Enregistrer) pour enregistrer les résultats du magnésium avant de passer à l'étape suivante.

19. Quittez le programme relatif au magnésium. Lancez le programme **220 Hardness, Ca** (220 Dureté, Ca).

20. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l $CaCO_3$.





21. Echantillon de calcium : insérez la troisième cuve d'échantillon dans le porte-cuve.

22. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Les résultats s'affichent en mg/l de calcium en carbonate de calcium. Cette valeur correspond à la quantité de calcium dans l'échantillon exprimée en $CaCO_3$.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Ca > 1,0 mg/l ; Mg > 0,25 mg/l	Pour une analyse du calcium aussi précise que possible, effectuez à nouveau l'analyse avec un échantillon dilué si le calcium est supérieur à 1,0 et le magnésium à 0,25 mg/l en $CaCO_3$. Aucune analyse supplémentaire n'est requise si l'une des deux valeurs est en dessous de ces concentrations.
Chrome (Cr^{3+})	Au-dessus de 0,25 mg/l
Cuivre (Cu^{2+})	Au-dessus de 0,75 mg/l
EDTA	Au-dessus de 0,2 mg/l en $CaCO_3$
EDTA ou EGTA	Les traces d'analyses précédentes dans les cuves d'échantillon faussent les résultats. Rincez soigneusement les cuves avant leur utilisation.
Fer (Fe^{2+})	Au-dessus de 1,4 mg/l
Fer (Fe^{3+})	Au-dessus de 2,0 mg/l
Manganèse (Mn^{2+})	Au-dessus de 0,20 mg/l
Zinc (Zn^{2+})	Au-dessus de 0,050 mg/l

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de calcium à 2,00 mg/l (en $CaCO_3$)

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
220	2,00 mg/l Ca	1,90–2,10 mg/l Ca	0,05 mg/l Ca
225	2,00 mg/l Mg	1,92–2,08 mg/l Mg	0,05 mg/l Mg

Résumé de la méthode

La méthode colorimétrique de mesure de la dureté complète la méthode titrimétrique conventionnelle, dans la mesure où la méthode colorimétrique permet de mesurer de très faibles niveaux de calcium et de magnésium. D'autre part, certains métaux qui créent des interférences dans le cadre de la méthode titrimétrique peuvent rester neutres lorsque l'échantillon est dilué pour le ramener dans la plage d'analyse. La teinture témoin est la calmagite, qui produit une couleur violette-bleue dans une solution fortement alcaline et vire au rouge lorsqu'elle réagit avec du calcium ou du magnésium.

Les déterminations de calcium et magnésium se font par chélation du calcium avec de l'EGTA afin de retirer la couleur rouge du calcium, puis par chélation du calcium et du magnésium avec de l'EDTA pour supprimer la couleur rouge du calcium et du magnésium. La mesure de la couleur rouge aux différents états permet de mesurer les concentrations de calcium et de magnésium. La longueur d'onde de mesure est de 522 nm pour les spectrophotomètres ou 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour la dureté, inclut :	—	100 analyses	2319900
Solution alcaline, pour les analyses de calcium et magnésium	1 ml	100 ml CGG	2241732
Solution témoin de calcium et magnésium	1 ml	100 ml CGG	2241832
Solution EDTA, 1 M	2 gouttes	50 ml FCGA	2241926
Solution EGTA	1 goutte	50 ml FCGA	2229726

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 100 ml , forme haute	1	1	2088642
Compte-gouttes en plastique, 0,5 et 1,0 ml	2	Lot de 20	2124720

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Acide nitrique concentré	500 ml	15249
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	100 ml CGG	245032
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Hidrazine

DOC316.53.01046

Méthode p-Diméthylaminobenzaldéhyde[1] **Méthode 8141**

4 à 600 µg/l N_2H_4 (spectrophotomètres) **Solution de réactif ou ampoules AccuVac®**

10 à 500 µg/l N_2H_4 (colorimètres)

Cadre d'application: Pour les eaux de chaudière/d'alimentation.

[1] Adaptée à partir de la publication ASTM Manual of Industrial Water, D1385-78, 376 (1979).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le trait de remplissage est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur
DR 6000 DR 5000 DR 900	—
DR 3900	LZV846 (A)
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
La température de l'échantillon doit rester proche de 21 ± 4 °C (70 ± 7 °F) pour des résultats précis.
Le réactif intervenant dans cette analyse est corrosif. Utilisez des équipements de protection pour la peau et les yeux et tenez-vous prêt à nettoyer les débordements à l'eau courante.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Solution de réactif

Description	Quantité
Solution de réactif HydraVer 2	1 ml
Eau désionisée	10 ml
Eprouvette graduée, 25 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument-specific table PPAV.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Ampoules AccuVac de réactif HydraVer 2	2
Eau désionisée	40 ml
Bécher, 50 ml	1
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2

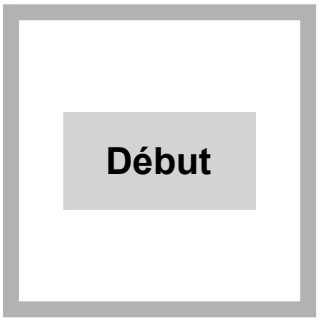
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres avec des bouchons à fermeture hermétique. Remplissez entièrement le flacon et fermez immédiatement le bouchon de façon hermétique.
- Evitez d'agiter le flacon ou de l'exposer à l'air.

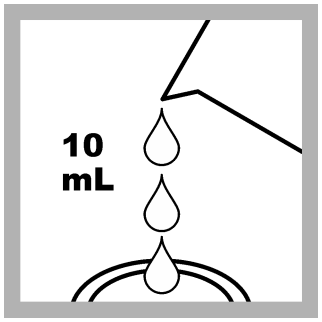
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec solution de réactif

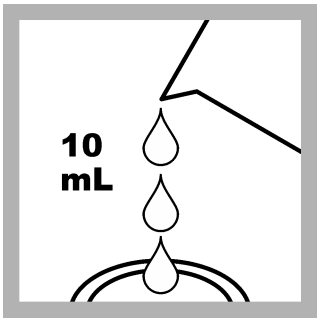


1. Lancez le programme **231 Hydrazine**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument-specific table PPAV.

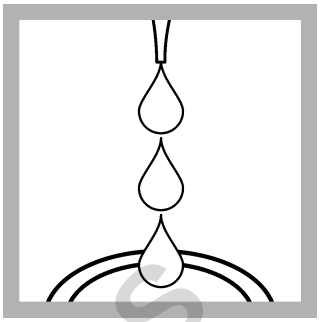
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



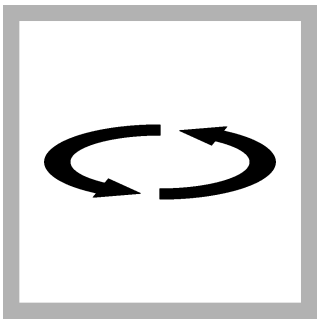
2. Préparation du blanc : utilisez une éprouvette graduée pour verser 10 ml d'eau désionisée dans une cuve d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : utilisez une éprouvette graduée pour verser 10 ml d'échantillon dans une deuxième cuve d'échantillon.



4. Ajoutez 0,5 ml de réactif pour hydrazine HydraVer 2 dans chaque cuve d'échantillon.
Une couleur jaune se développe en cas de présence d'hydrazine dans l'échantillon. Le blanc peut également virer au jaune clair.

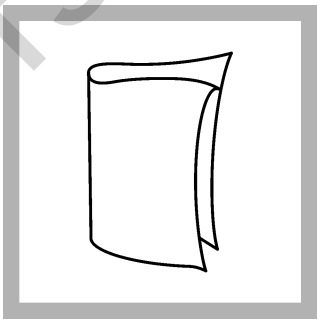


5. Faites tourner pour mélanger.

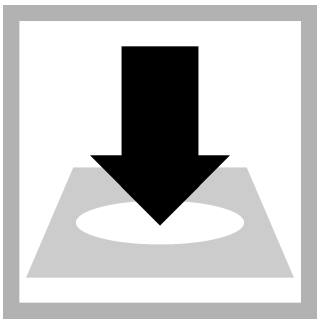


6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 12 minutes commence.

Appliquez la procédure de mise à zéro du blanc et insérez l'échantillon préparé pendant la période de réaction.

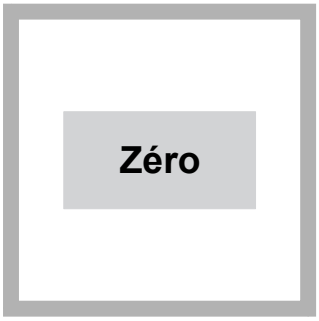


7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

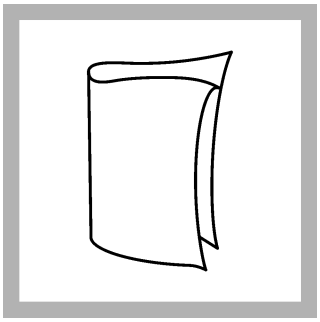


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

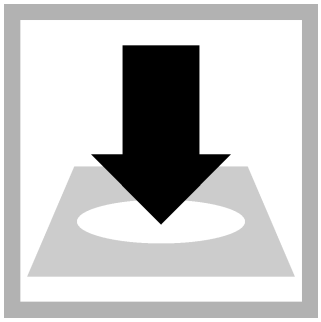
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 µg/l N_2H_4.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

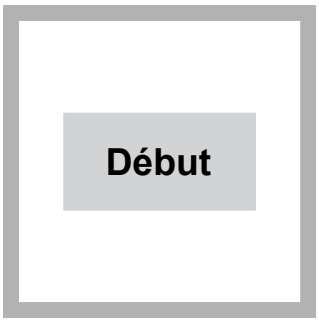


11. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



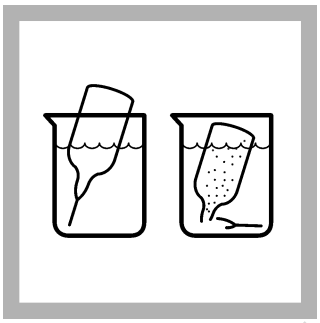
12. Dès la fin de la minuterie, appuyez sur **READ** (Mesure). Les résultats s'affichent en µg/l N_2H_4.

Procédure avec une ampoule AccuVac

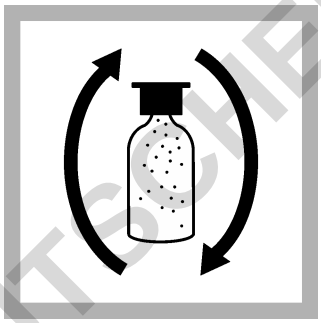


1. Lancez le programme **232 Hydrazine AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Instrument-specific table PPAV.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : collectez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez une ampoule AccuVac de réactif hydrazine HydraVer avec de l'échantillon. Maintenez l'embout immergé pendant que l'ampoule se remplit complètement.



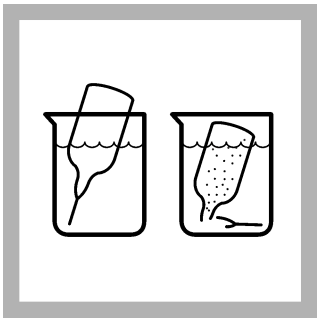
3. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.



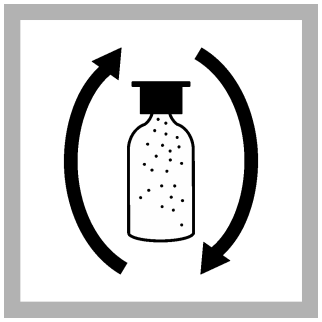
4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 12 minutes commence.

Appliquez la procédure de mise à zéro du blanc et insérez l'échantillon préparé pendant la période de réaction.

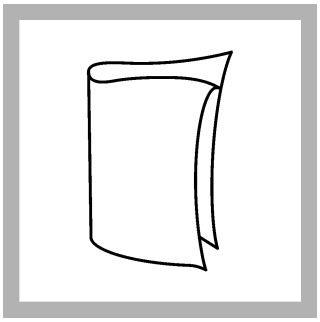
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



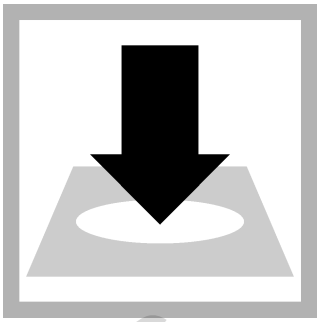
5. Préparation du blanc : versez au moins 40 ml d'eau désionisée dans un deuxième bécher de 50 ml. Remplissez la deuxième ampoule AccuVac de réactif hydrazine HydraVer avec de l'eau désionisée. Maintenez l'embout immergé pendant que l'ampoule se remplit complètement.



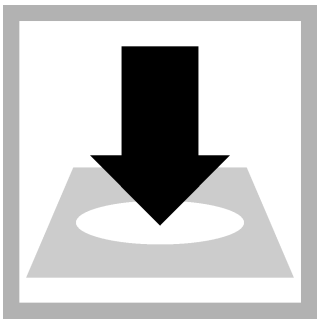
6. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.



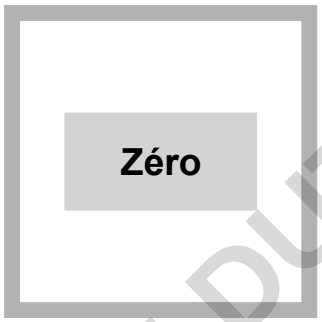
7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



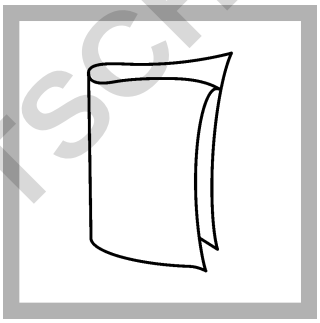
8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



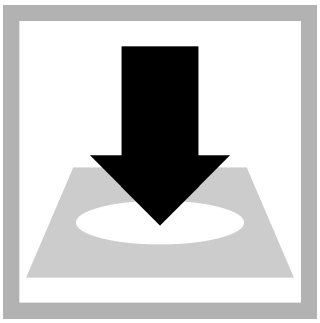
9. Insérez l'ampoule AccuVac de blanc dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 µg/l N_2H_4.



11. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



12. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



13. Dès la fin de la minuterie, appuyez sur **READ** (Mesure). Les résultats s'affichent en µg/l N_2H_4.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Ammoniaque	Aucune interférence jusqu'à 10 mg/l. Peut provoquer une interférence positive pouvant atteindre 20 % pour 20 mg/l.
Echantillons fortement colorés ou troubles	Préparez un mélange à parts égales d'eau désionisée et d'eau de Javel ordinaire. Ajoutez une goutte de ce mélange à 25 ml d'échantillon dans une éprouvette graduée de mélange et retournez-la pour mélanger son contenu. Cette opération détruit l'hydrazine éventuellement présente dans l'échantillon. Utilisez cette solution, et non pas de l'eau désionisée, pour préparer le blanc lors de la procédure d'analyse.
Morpholine	Aucune interférence jusqu'à 10 mg/l.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Sulfate d'hydrazine, pour réactif
- Flacon jaugé de 1 l, classe A (2)
- Pipette jaugée de 10 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée, sans oxygène

1. Préparez une solution mère de hydrazine à 25 mg/l de la façon suivante :
   a. Ajoutez 0,1016 g de sulfate d'hydrazine dans un flacon jaugé de 1 l.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée sans oxygène (porter l'eau à ébullition et la laisser refroidir). Mélangez bien. Préparez la solution mère quotidiennement.
2. Préparez une solution mère de hydrazine à 0,25 mg/l (250 µg/l) de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 10,00 ml d'hydrazine à 25 mg/l dans un flacon jaugé de 1 l.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée sans oxygène. Mélangez bien. Préparez la solution étalon juste avant son usage.
3. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
4. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
231	250 µg/l N_2H_4	247–253 µg/l N_2H_4	4 µg/l N_2H_4
232	250 µg/l N_2H_4	246–254 µg/l N_2H_4	4 µg/l N_2H_4

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Résumé de la méthode

L'hydrazine de l'échantillon réagit avec le p-diméthylaminobenzaldéhyde contenu dans le réactif HydraVer 2 pour former une couleur jaune dont l'intensité est proportionnelle à la concentration d'hydrazine. La longueur d'onde de mesure est de 455 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	4 l	27256
Réactif pour hydrazine HydraVer® 2[1]	1 ml	100 ml CGG	179032
OU			
Réactif pour hydrazine HydraVer 2, ampoules AccuVac®	2	Lot de 25	2524025

[1] HydraVer est une marque déposée de Hach Company.

Accessoire requis pour la solution de réactif

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 25 ml	1	1	50840

Accessoires requis pour les ampoules AccuVac

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Sulfate d'hydrazine, ACS	100 g	74226

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Pipette, jaugée, classe A, 10 ml	1	1451538
Pro-pipette	1	1465100
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac®	1	2405200

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Fer, ferreux

DOC316.53.01049

Méthode à la 1,10-phénanthroline[1] — Méthode 8146

0,02 à 3,00 mg/l Fe^{2+} — Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir du document Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires), 15e édition. 201 (1980).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

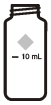
Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif pour fer ferreux, 25 ml	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Ampoules AccuVac de réactif pour fer ferreux	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

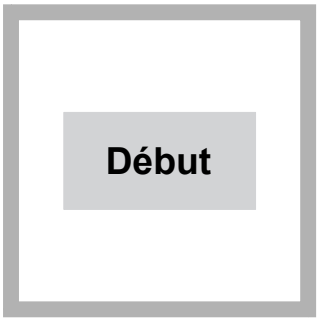
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres avec des bouchons à fermeture hermétique. Remplissez entièrement le flacon et fermez immédiatement le bouchon de façon hermétique.
- Evitez d'agiter le flacon ou de l'exposer à l'air.

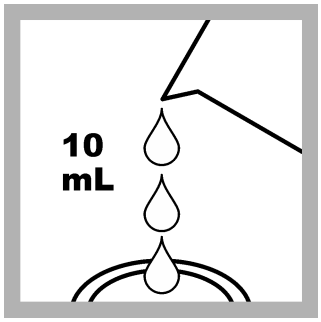
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre



1. Lancez le programme **255 Iron, Ferrous**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

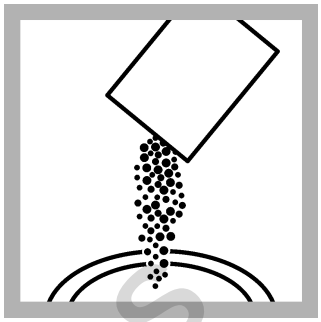
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



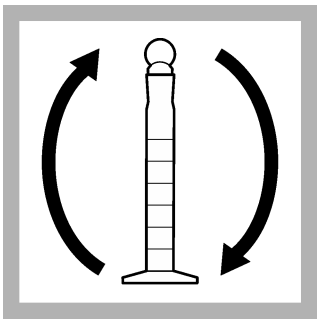
2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : remplissez une éprouvette de mélange avec l'échantillon jusqu'au repère de 25 ml.



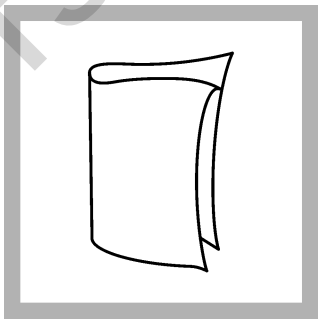
4. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre de réactif au fer ferreux dans l'éprouvette de mélange. Une couleur orange se développe en présence de fer ferreux dans l'échantillon



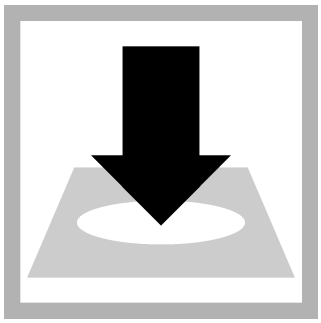
5. Bouchez l'éprouvette de mélange. Retournez-la plusieurs fois pour procéder au mélange.
La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.



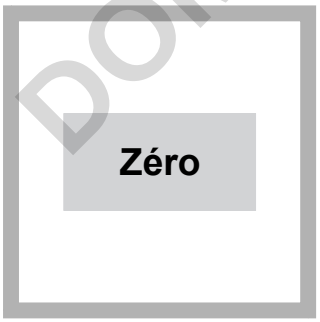
6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



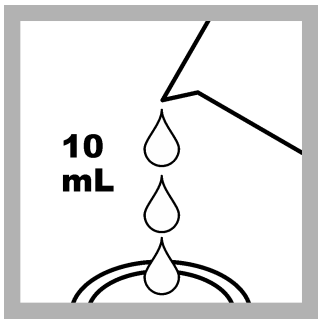
7. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



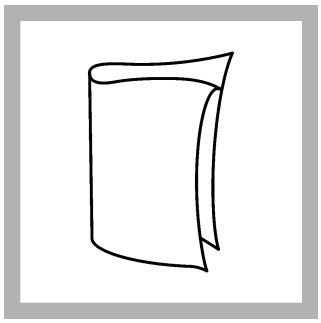
8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



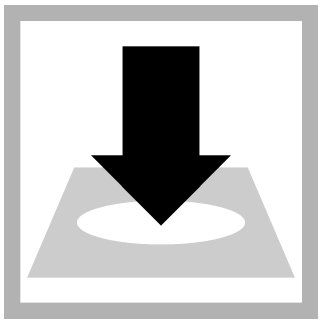
9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Fe^{2+}.



10. Remplissez une deuxième cuve avec 10 ml d'échantillon après réaction.

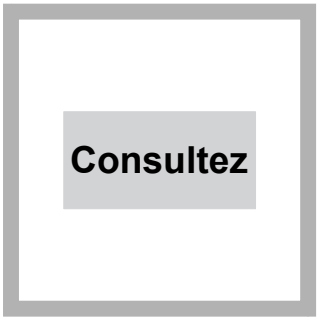


11. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



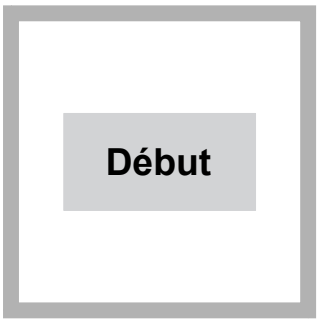
12. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



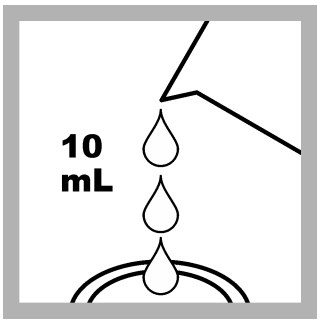
13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Fe^{2+}.

Procédure avec une ampoule AccuVac

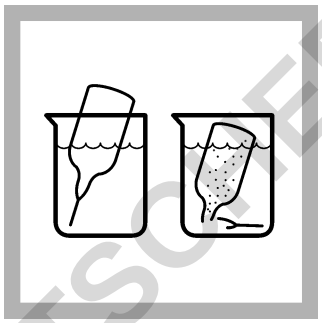


1. Lancez le programme **257 Iron, Ferrous AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

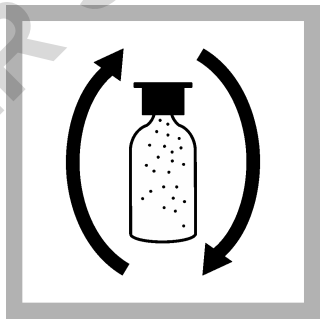
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



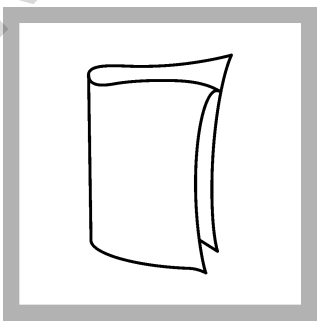
3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



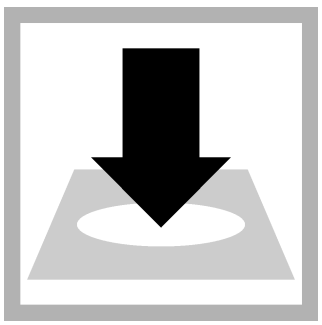
4. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.



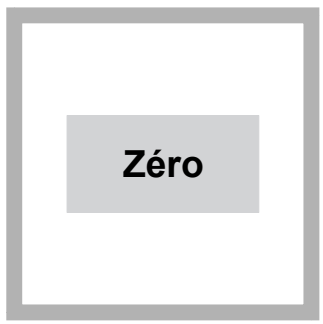
5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



6. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

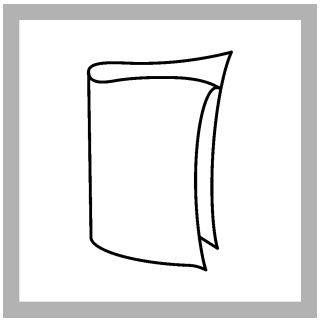


7. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

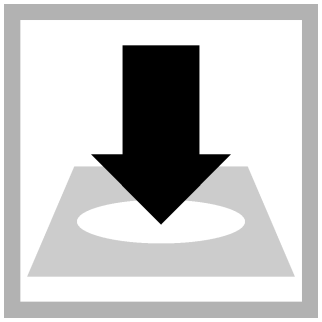


8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Fe^{2+}.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Fe^{2+}.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Sulfate d'ammonium ferreux, hexahydrate
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 2 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution mère de fer ferreux à 100 mg/l Fe^{2+} de la façon suivante :
   a. Ajoutez 0,7022 g de sulfate d'ammonium ferreux, hexahydrate dans un flacon jaugé de 1 l.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien.
2. Préparez une solution mère de fer ferreux à 2 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 2,00 ml de fer ferreux à 100 mg/l Fe^{2+} dans un flacon jaugé de 100 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez la solution étalon juste avant son usage.
3. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
4. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
255	2,00 mg/l Fe^{2+}	1,99–2,01 mg/l Fe^{2+}	0,021 mg/l Fe^{2+}
257	2,00 mg/l Fe^{2+}	1,98–2,02 mg/l Fe^{2+}	0,023 mg/l Fe^{2+}

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Résumé de la méthode

Le témoin 1,10-phénanthroline du réactif au fer ferreux réagit avec le fer ferreux (Fe^{2+}) de l'échantillon et développe une couleur orange dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en fer. Le fer ferrique (Fe^{3+}) ne réagit pas. La concentration en fer ferrique peut être déterminée en soustrayant la concentration en fer ferreux des résultats d'une analyse de fer total. La longueur d'onde de mesure est de 510 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour fer ferreux, 25 ml	1	Lot de 100	103769
OU			
Ampoule de réactif pour fer ferreux AccuVac®	1	Lot de 25	2514025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1	Lot de 6	1448000

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Sulfate d'ammonium ferreux, hexahydrate, ACS	113 g	1125614
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, jaugée, classe A, 1,00 ml	1	1451535
Eau désionisée	4 l	27256
Racleurs, amovibles	Lot de 280	2097000

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Fer

DOC316.53.01048

Méthode FerroZine®[1]

Méthode 8147

0,009 à 1,400 mg/l Fe

Sachets de solution de réactif

Cadre d'application: Pour l'eau et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir de la publication Stookey, L.L., Anal. Chem., 42(7), 779 (1970).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.
Nettoyez tout le matériel en verre avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2), puis rincez soigneusement à l'eau désionisée pour supprimer tous contaminants.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Si l'échantillon contient de la rouille, reportez-vous à la section Interférences à la page 4.
Le réactif pour fer FerroZine peut se cristalliser ou se précipiter s'il est conservé au froid pendant l'expédition. La qualité du réactif n'est pas affectée. Placez le réactif dans de l'eau chaude pour dissoudre le précipité.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachets de solution de réactif au fer FerroZine OU	1
Solution de réactif pour fer FerroZine	0,5 ml
Eprouvette graduée de mélange, 25 ml, avec bouchon	1
Pince coupante pour sachets de solution	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

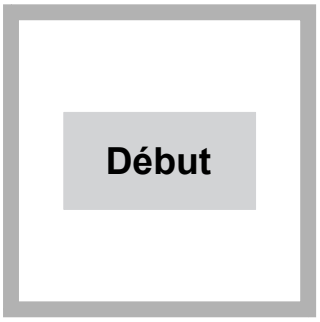
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Si le fer dissous seul doit être déterminé, filtrez l'échantillon immédiatement après sa prise et avant l'acidification.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 3 à 5 avec une solution d'hydroxyde d'ammonium à 10 %. Ne dépassez pas le pH 5 afin d'éviter de former un précipité de fer.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

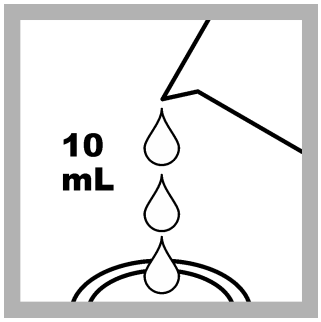
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de solution ou solution en vrac

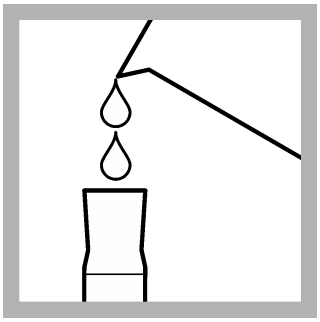


1. Lancez le programme **260 Iron, FerroZine**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

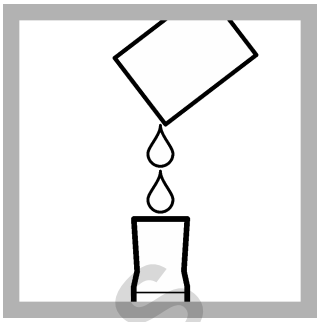
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



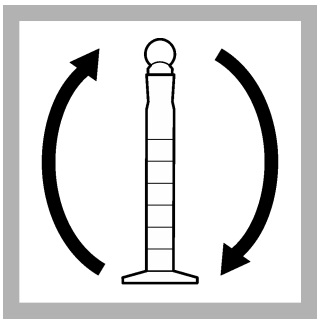
2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : remplissez une éprouvette de mélange avec l'échantillon jusqu'au repère de 25 ml.



4. Ajoutez le contenu d'un sachet de solution de réactif pour fer FerroZine dans l'éprouvette de mélange.

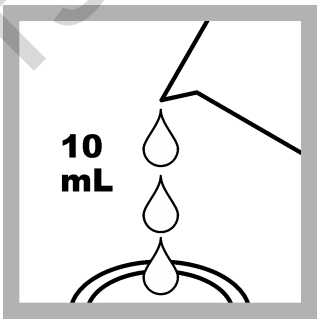


5. Bouchez l'éprouvette de mélange. Retournez-la plusieurs fois pour procéder au mélange.

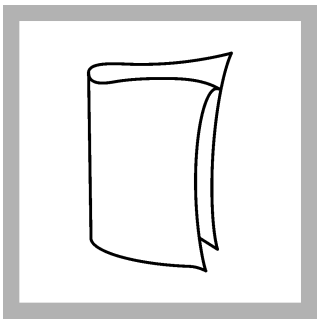


6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.

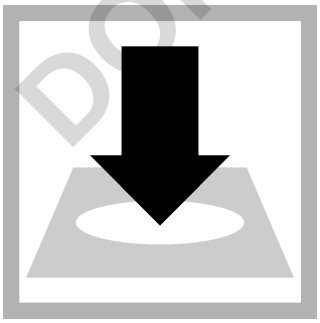
Une couleur violette se développe en présence de fer dans l'échantillon.



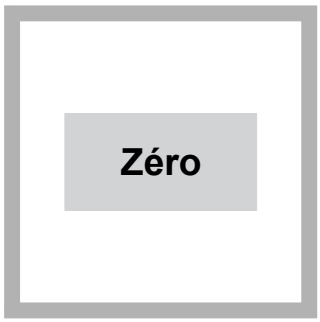
7. A la fin de la minuterie, versez dans la deuxième cuve d'échantillon 10 ml de l'échantillon préparé dans l'éprouvette de mélange.



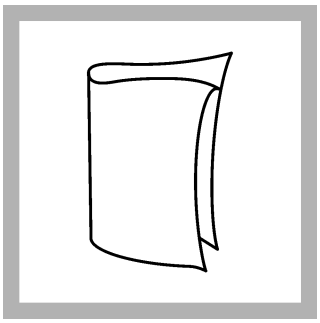
8. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



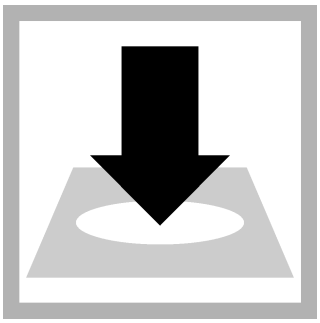
9. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 mg/l Fe.

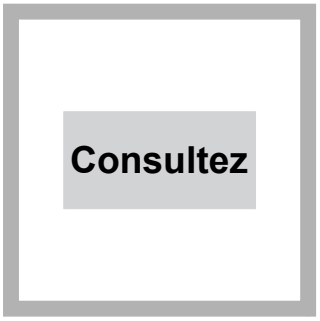


11. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



12. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Fe.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Chélateurs forts (EDTA)	Interfèrent à tous les niveaux. Utilisez les méthodes FerroVer® ou TPTZ pour ces échantillons. Utilisez la méthode TPTZ pour les faibles concentrations en fer.
Cobalt	Peut donner des résultats légèrement plus élevés.
Cuivre	Peut donner des résultats légèrement plus élevés.
Hydroxydes	Ajoutez 1 ml de réactif pour fer FerroZine dans 50 ml d'échantillon, puis faites bouillir l'échantillon pendant 1 minute dans un bain d'eau bouillante. Laissez l'échantillon revenir à la température ambiante, puis redémarrez la minuterie de l'appareil. Ramenez le volume de l'échantillon à 50 ml avec de l'eau désionisée.
Magnétite (oxyde de fer noir) ou ferrites	Ajoutez 1 ml de réactif pour fer FerroZine dans 50 ml d'échantillon, puis faites bouillir doucement l'échantillon de 20 à 30 minutes dans un bain d'eau bouillante. ***Remarque :*** *ne laissez pas l'échantillon sécher. Une couleur violette se forme en présence de fer.* Laissez l'échantillon revenir à la température ambiante. Ramenez le volume de l'échantillon à 50 ml avec de l'eau désionisée. Poursuivez la procédure d'analyse après l'étape de la minuterie.
Rouille	Ajoutez 1 ml de réactif pour fer FerroZine dans 50 ml d'échantillon, puis faites bouillir l'échantillon pendant 1 minute dans un bain d'eau bouillante. Laissez l'échantillon revenir à la température ambiante, puis redémarrez la minuterie de l'appareil. Ramenez le volume de l'échantillon à 50 ml avec de l'eau désionisée.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon de fer, 10 mg/l Fe
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.

5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de fer, 100 mg/l
- Flacon jaugé de 500 ml, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de fer à 1,0 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 5,00 ml de fer à 100 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
260	1,000 mg/l Fe	0,985–1,015 mg/l Fe	0,009 mg/l Fe

Résumé de la méthode

Le réactif au fer FerroZine® forme un complexe de couleur violette en présence de traces de fer dans les échantillons tamponnés à un pH de 3,5. Cette méthode s'applique à la détermination du fer à l'état de traces dans les réactifs chimiques et les glycols. Associée à la minéralisation, cette méthode permet d'analyser des échantillons contenant de la magnétite (oxyde de fer noir) ou ferrites. La longueur d'onde de mesure est de 562 nm pour les spectrophotomètres ou de 560 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
FerroZine®[1] – solution de réactif pour fer	0,5 ml	500 ml	230149
OU			
Sachet de solution de réactif pour fer FerroZine®	1	Lot de 50	230166

[1] FerroZine est une marque déposée de Hach Company.

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pince coupante pour sachets en plastique	1	1	96800
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml avec bouchon	1	1	2088640
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de fer, 100 mg/l Fe	100 ml	1417542
Solution étalon de fer, ampoule Voluette® de 10 ml, 25 mg/l Fe	Lot de 16	1425310
Etalon d'eau potable pour métaux, gamme basse pour Cu, Fe, Mn	500 ml	2833749
Flacon jaugé en verre, classe A, 500 ml	1	1457449
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Pipette, jaugée, 5,00 ml	1	1451537
Pro-pipette	1	1465100

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Hydroxyde d'ammonium, 10 %	100 ml CGG	1473632
Solution d'acide chlorhydrique, 6 N (au 1/2)	500 ml	88449
Acide nitrique concentré	500 ml	15249

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Fer, total

DOC316.53.01051

Méthode TPTZ[1]

0,012 à 1,800 mg/l Fe (spectrophotomètres)

0,04 à 1,80 mg/l Fe (colorimètres)

Méthode 8112

Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir du document G. Frederic Smith Chemical Co., The Iron Reagents, 3rd ed. (1980).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.
Lavez tout le matériel en verre avec du détergent. Rincez à l'eau du robinet. Rincez à nouveau avec une solution d'acide chlorhydrique au 1/2. Rincez une troisième fois avec de l'eau désionisée de haute qualité. Ces étapes éliminent les dépôts risquant de donner des résultats trop élevés.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif au fer TPTZ, 10 mlS	2
Cuves d'échantillon Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Ampoule AccuVac de réactif TPTZ pour fer, gamme basse	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

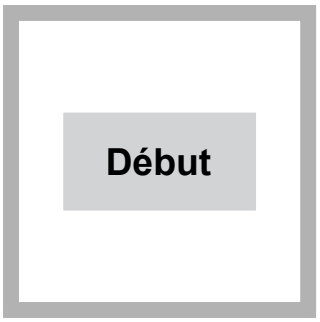
Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Si le fer dissous seul doit être déterminé, filtrez l'échantillon immédiatement après sa prise et avant l'acidification.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

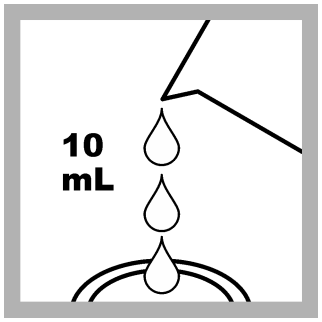
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 3–4 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5 N. Ne dépassez pas le pH 5, car le fer pourrait former un précipité.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure avec sachet de poudre

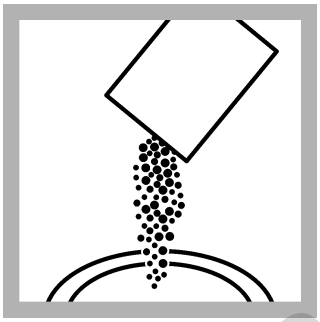


1. Lancez le programme **270 Iron, TPTZ**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

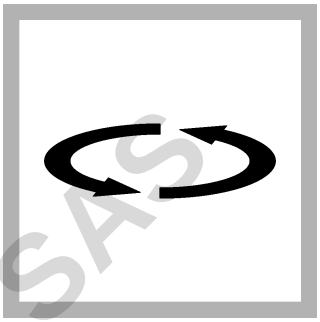
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif au fer TPTZ de 10 ml dans l'échantillon préparé .

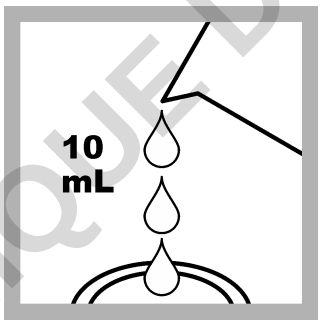


4. Faites tourner la cuve d'échantillon pendant au moins 30 secondes pour assurer le mélange.

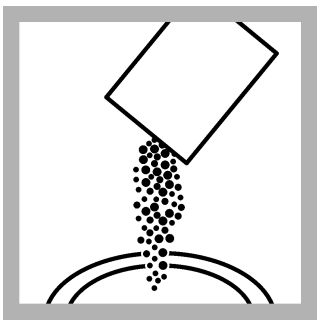


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

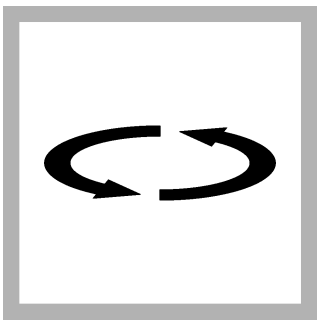
Préparez le blanc pendant la période de réaction.



6. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'eau désionisée.

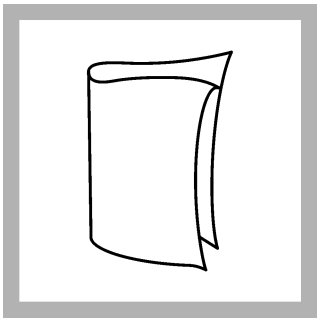


7. Ajoutez le contenu de le contenu d'un sachet de poudre de réactif au fer TPTZ de 10 ml dans le blanc.

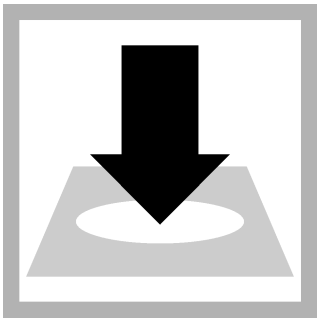


8. Faites tourner la cuve d'échantillon pendant au moins 30 secondes pour assurer le mélange.

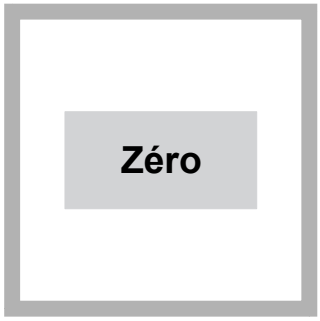
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



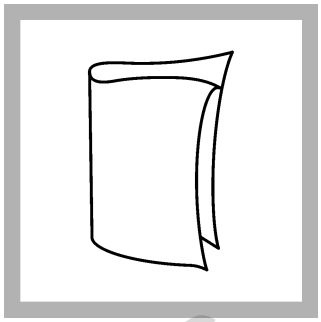
9. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



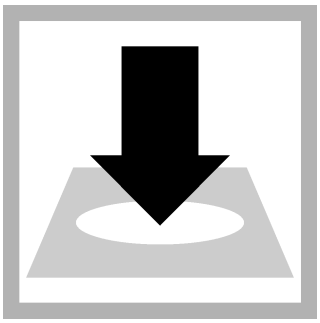
10. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 mg/l Fe.



12. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

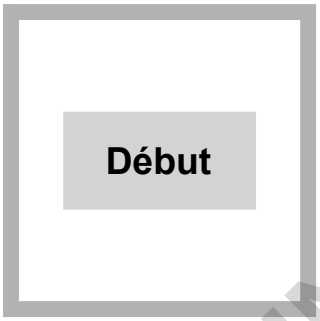


13. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



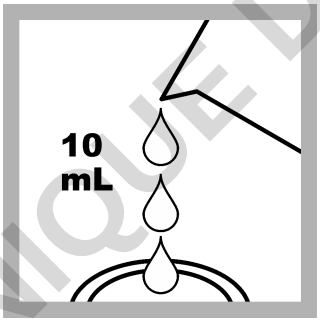
14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Fe.

Procédure avec une ampoule AccuVac

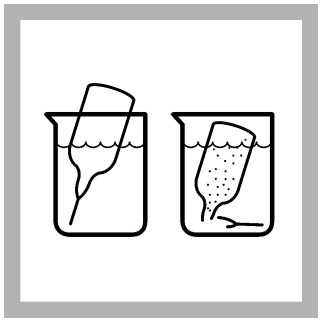


1. Lancez le programme **272 Iron, TPTZ AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

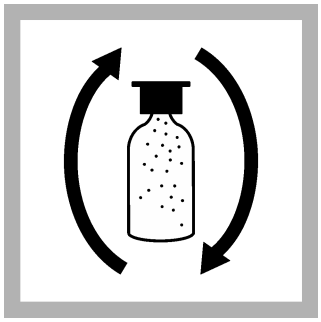
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.

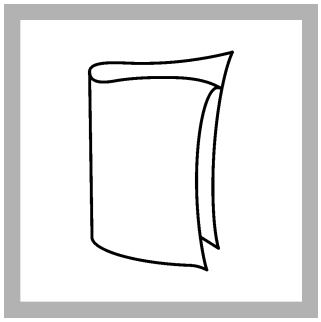


4. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.

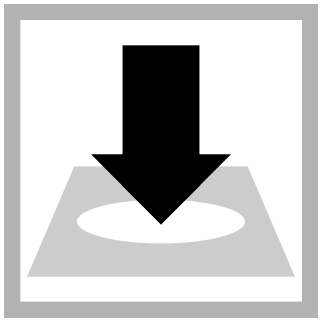
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



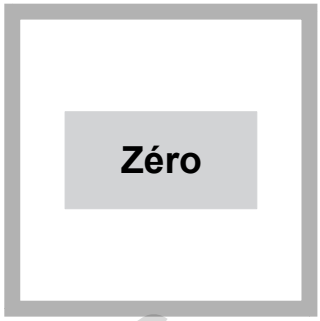
5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



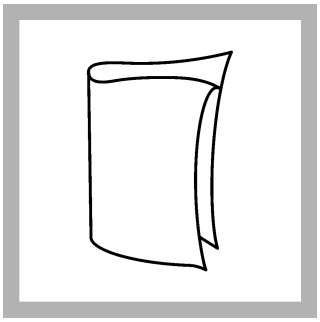
6. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



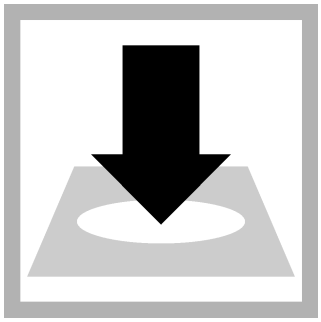
7. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 mg/l Fe.



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Fe.

Interférences

Les interférences ont été analysées avec une concentration de fer de 0,5 mg/l Fe. Les éléments suivants n'interfèrent pas avec cette méthode tant qu'ils restent en dessous des niveaux indiqués.

Substance interférente	Niveau d'interférence
Cadmium	4,0 mg/l
Chrome^{3+}	0,25 mg/l
Chrome^{6+}	1,2 mg/l
Cobalt	0,05 mg/l
Cuivre	0,6 mg/l
Cyanure	2,8 mg/l
Manganèse	50,0 mg/l
Mercure	0,4 mg/l
Molybdène	4,0 mg/l
Nickel	1,0 mg/l
Ion nitrite	0,8 mg/l

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Couleur ou turbidité	Si l'échantillon, en l'absence d'un sachet de poudre de réactif pour fer TPTZ, a une couleur ou une turbidité supérieure à celle du blanc (eau désionisée plus réactif pour fer TPTZ), utilisez l'échantillon en tant que blanc. Reportez-vous à la procédure avec sachet de poudre.
pH	Après l'addition du réactif, un échantillon dont le pH est inférieur à 3 ou supérieur à 4 risque d'inhiber la formation de la couleur. La couleur développée s'estompe rapidement ou provoque de la turbidité. Ajustez le pH de l'échantillon dans la cuve avant l'addition de réactif : **1.** Utilisez un appareil de mesure de pH ou du papier pH pour mesurer le pH. **2.** Ajoutez une quantité adéquate de base ou d'acide exempt de fer, tel qu'une solution étalon d'acide sulfurique 1,0 N ou d'hydroxyde de sodium 1,0 N pour ajuster le pH de l'échantillon entre 3 et 4.[1] **3.** Effectuez une correction de volume si des volumes importants d'acide ou de base sont utilisés.

[1] Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de fer, 10 mg/l Fe
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts de pipette
- Eprouvettes de mélange, 50 ml (3) (pour les ampoules AccuVac)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.

   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,5, 1,0 et 1,5 ml de la solution étalon à trois nouveaux échantillons de 50 ml.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de fer à 100 mg/l
- Flacon jaugé de 500 ml, classe A

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de fer à 1,00 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 5,00 ml de fer à 100 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
270	1,000 mg/l Fe	0,989–1,011 mg/l Fe	0,011 mg/l Fe
272	1,000 mg/l Fe	0,984–1,016 mg/l Fe	0,012 mg/l Fe

Résumé de la méthode

Le réactif au fer TPTZ vire au bleu tirant sur le violet en présence de fer ferreux (Fe^{2+}). Le témoin est combiné avec un agent de réduction qui convertit le fer précipité ou en suspension, notamment la rouille, à l'état ferreux. La quantité de fer ferreux (Fe^{3+}) peut être déterminée en retranchant les résultats d'une analyse de fer ferreux de la concentration de fer total. La longueur d'onde de mesure est de 590 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif TPTZ pour fer, 10 ml	1	Lot de 100	2608799
OU			
Réactif TPTZ pour fer, gamme basse, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2510025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Cuve d'échantillon, ronde, 10 ml, 25 x 54 mm	1	1	2122800
Cuve d'échantillon, ronde, 10 ml, 25 x 60 mm	1	Lot de 6	2427606
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de fer, 100 mg/l Fe	100 ml	1417542
Solution étalon de fer, 10 mg/l Fe	500 ml	14049
Solution étalon de fer, 1 mg/l Fe	500 ml	13949
Etalon d'eau potable pour métaux, gamme basse pour Cu, Fe, Mn	500 ml	2833749
Etalon d'eau potable pour métaux, gamme haute pour Cu, Fe, Mn	500 ml	2833649
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Acide nitrique concentré	500 ml	15249
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	Lot de 6	173106
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Flacon jaugé en verre, classe A, 500 ml	1	1457449
Pipette, jaugée, 5,00 ml	1	1451537
Pro-pipette	1	1465100

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Fer, total

DOC316.53.01052

Méthode FerroMo[1] **Méthode 8365**

0,01 à 1,80 mg/l Fe **Sachets de poudre**

Cadre d'application: Pour les eaux de refroidissement traitées au molybdène.

[1] Adaptée à partir du document G. Frederick Smith Chemical Co., The Iron Reagents, 3rd ed. (1980).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.
Lavez tout le matériel en verre avec du détergent. Rincez à l'eau du robinet. Rincez à nouveau avec une solution d'acide chlorhydrique au 1/2. Rincez une troisième fois avec de l'eau désionisée de haute qualité. Ces étapes éliminent les dépôts risquant de donner des résultats trop élevés.
Si l'échantillon contient au moins 100 mg/l de molybdate (MoO_4^{2-}), lisez l'échantillon immédiatement après le réglage du zéro de l'appareil.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif FerroMo® 1	1
Sachet de poudre de réactif 2 FerroMo®	1
Eprouvette graduée de mélange, 25 ml, avec bouchon	1
Eprouvette graduée de mélange, 50 ml, avec bouchon	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

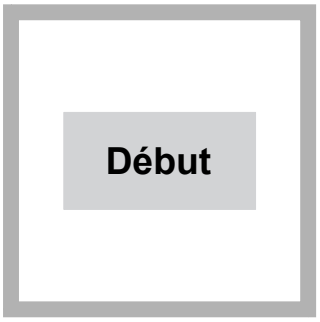
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide chlorhydrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Pour mesurer uniquement le fer dissous, filtrez l'échantillon avec un filtre de 0,45 micron, ou tout autre support équivalent, immédiatement après la prise et avant l'acidification.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 3–5 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N. Ne dépassez pas le pH 5 afin d'éviter de former un précipité de fer.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

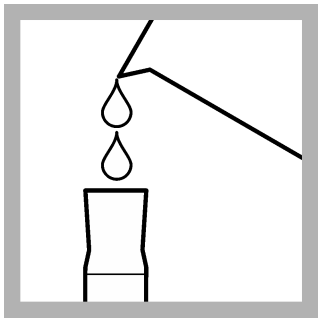
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

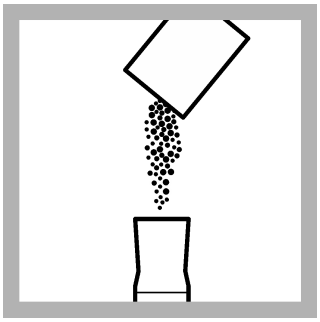


1. Lancez le programme **275 Iron, FerroMo**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

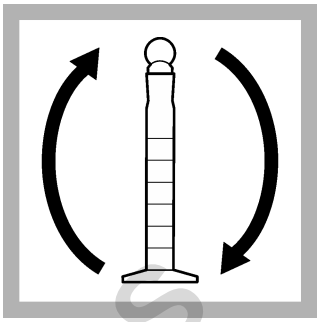
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



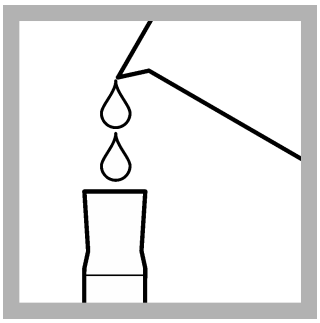
2. Préparation de l'échantillon : remplissez une éprouvette de mélange de 50 ml avec 50 ml d'échantillon.



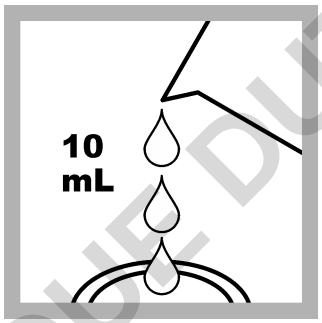
3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif 1 pour fer FerroMo dans l'éprouvette de mélange.



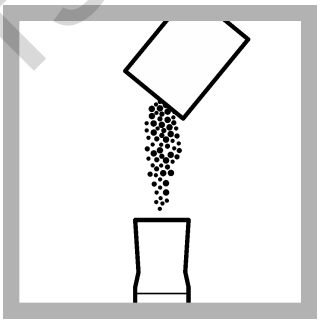
4. Fermez l'éprouvette. Retournez-la plusieurs fois pour mélanger le contenu.



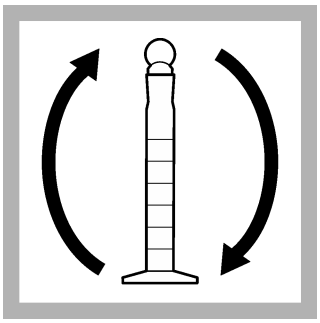
5. Remplissez une éprouvette de mélange propre de 25 ml jusqu'au repère de 25 ml avec l'échantillon préparé. Utilisez le reste de l'échantillon pour préparer le blanc.



6. Préparation du blanc : remplissez une deuxième cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon préparé.



7. Développement de l'échantillon : ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif 2 pour fer FerroMo à l'échantillon préparé dans l'éprouvette de mélange de 25 ml.

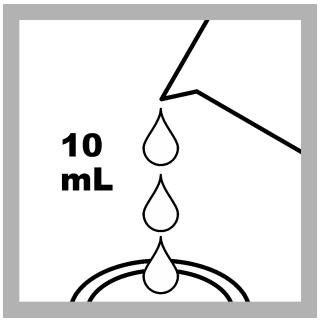


8. Bouchez l'éprouvette de mélange. Retournez-la plusieurs fois pour procéder au mélange.
Une couleur bleue se développe en présence de fer dans l'échantillon. Une petite quantité de réactif non dissous n'aura pas d'impact sur les résultats de l'analyse.

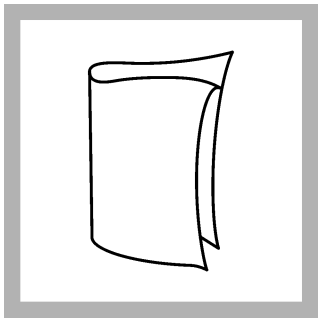
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



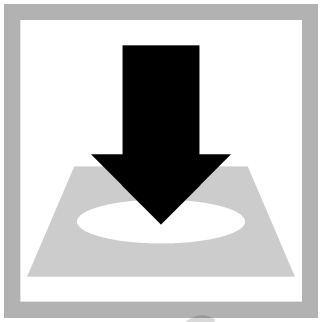
9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



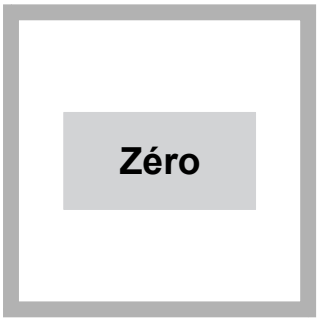
10. A la fin de la minuterie, versez 10 ml d'échantillon développé dans une cuve d'échantillon. Vous obtenez ainsi l'échantillon préparé pour l'analyse.



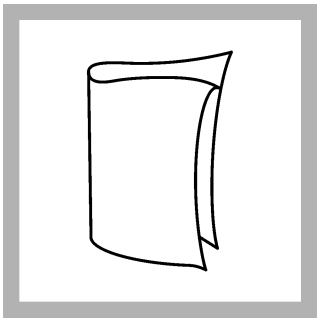
11. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



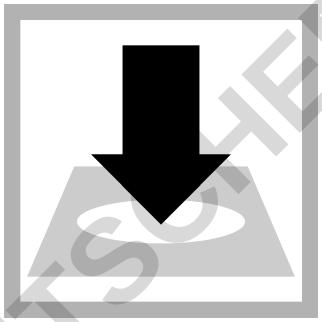
12. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



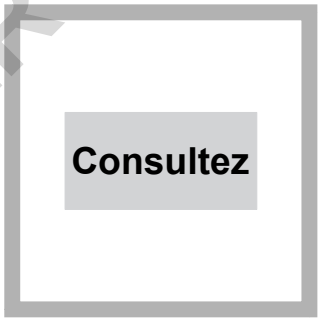
13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Fe.



14. Nettoyez l'échantillon développé.



15. Insérez l'échantillon développé dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Fe.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
pH	Après l'addition du réactif, un échantillon dont le pH est inférieur à 3 ou supérieur à 4 risque d'inhiber la formation de couleur, provoquer la disparition rapide de la couleur développée ou générer de la turbidité. Ajustez le pH de l'échantillon entre 3 et 8 dans l'éprouvette graduée avant l'addition de réactif : **1.** Ajoutez goutte à goutte une base ou un acide exempt de fer, tel qu'une solution d'acide sulfurique 1 N ou d'hydroxyde de sodium 1 N. **2.** Effectuez une correction de volume si des volumes importants d'acide ou de base sont utilisés.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon de fer, 50 mg/l Fe
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 50 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de fer à 100 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 1 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de fer à 1,00 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 1,0 ml de fer à 100 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
275	1,00 mg/l Fe	0,98–1,02 mg/l Fe	0,01 mg/l Fe

Résumé de la méthode

Le réactif 1 au fer FerroMo contient un agent réducteur combiné à un agent de masquage. L'agent de masquage supprime les interférences dues à des niveaux élevés de molybdate. L'agent réducteur convertit le fer précipité ou en suspension, notamment la rouille, à l'état ferreux. Le réactif 2 au fer FerroMo contient le témoin combiné à un agent de tamponnage. Le témoin réagit avec le fer ferreux de l'échantillon, tamponné entre les pH 3 et 5, ce qui résulte en une couleur intense, bleu tirant sur le violet. La longueur

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

d'onde de mesure est de 590 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour fer FerroMo®	1	Lot de 100	2544800
Inclut :			
FerroMo® 1[1] – sachet de poudre de réactif	1	Lot de 25	2543768
Sachet de poudre de réactif FerroMo® 2	1	Lot de 50	2543866

[1] FerroMo est une marque déposée de Hach Company.

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml avec bouchon	1	1	2088640
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml avec bouchon	1	1	2088641

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de fer, 100 mg/l Fe	100 ml	1417542
Solution étalon de fer, 1 mg/l Fe	500 ml	13949
Solution étalon de fer, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l Fe	Lot de 16	1425410
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Pipette, jaugée, classe A, 1,00 ml	1	1451535
Pro-pipette	1	1465100
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	100 ml CGG	245032
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Fer, total

DOC316.53.01053

USEPA[1] Méthode FerroVer® [2]

Méthode 8008

0,02 à 3,00 mg/l Fe

Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer ; la minéralisation est requise pour déterminer le fer total.

[1] Agréée par l'USEPA pour les rapports d'analyse des eaux résiduaires, Federal Register, 27 juin 1980; 45 (126:43459).
[2] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

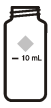
Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Le réactif de cette procédure d'analyse convertit tout le fer soluble, ainsi que la plupart de ses formes insolubles en fer ferreux soluble pour les mesures. Cependant, les rapports réglementaires impliquent la minéralisation de l'échantillon avec les méthodes thermiques et acides, afin de s'assurer que toutes les formes de ce métal soient mesurées.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Pour les échantillons troubles, traitez le blanc avec une mesure de 0,1 g de produit antirouille RoVer. Faites tourner l'échantillon pour dissoudre son contenu.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
FerroVer®, 10 ml[1]	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

[1] FerroVer est une marque déposée de Hach Company.

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Réactif pour fer FerroVer®, ampoule AccuVac®	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

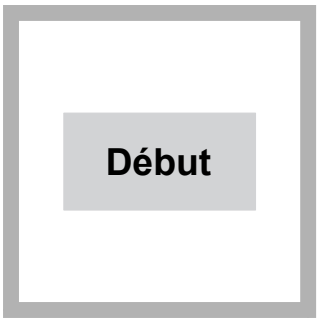
Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Si le fer dissous seul doit être déterminé, filtrez l'échantillon immédiatement après sa prise et avant l'acidification.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

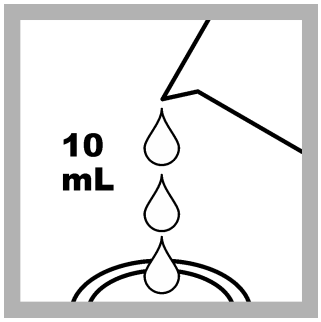
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 3 à 5 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure avec sachet de poudre

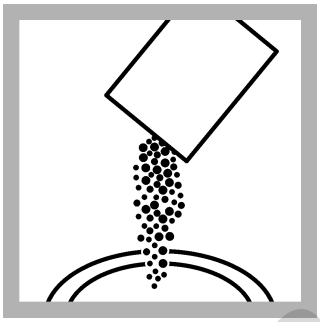


1. Lancez le programme **265 Iron, FerroVer**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

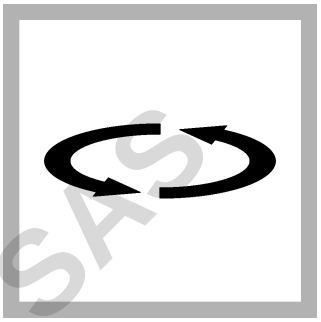
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif au fer FerroVer dans la cuve d'échantillon.

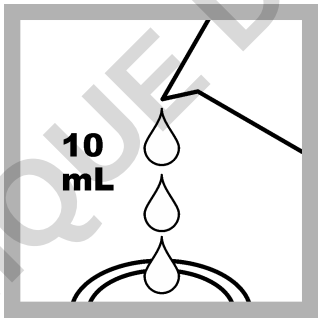


4. Faites tourner la cuve d'échantillon pour en mélanger le contenu. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.

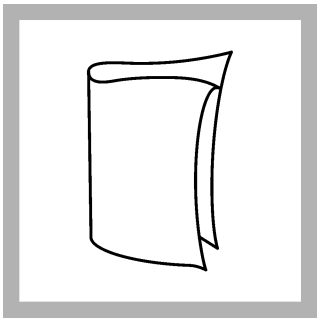


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

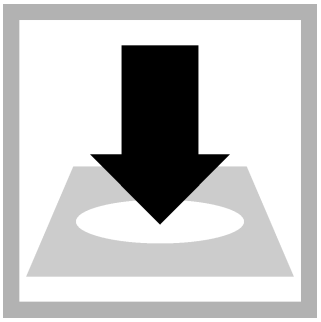
La couleur de l'échantillon devient orange en présence de fer. Laissez les échantillons contenant de la rouille réagir pendant au moins 5 minutes ou plus.



6. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

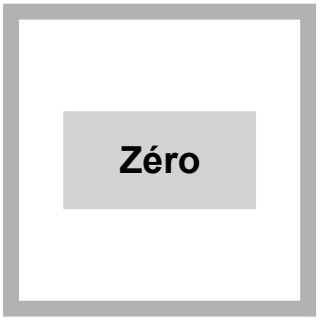


7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

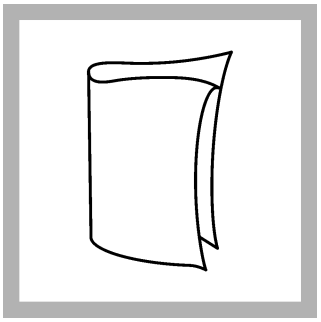


8. A la fin de la minuterie, insérez le blanc dans le porte-cuve.

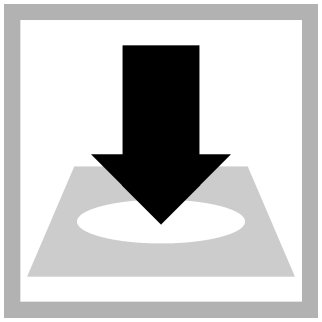
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Fe.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

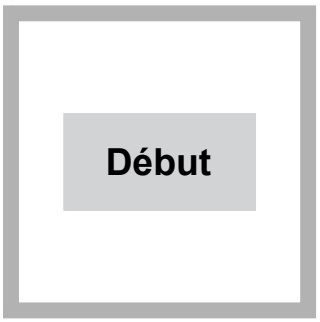


11. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



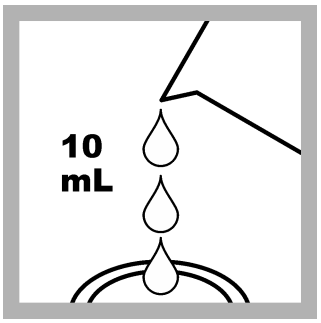
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Fe.

Procédure AccuVac

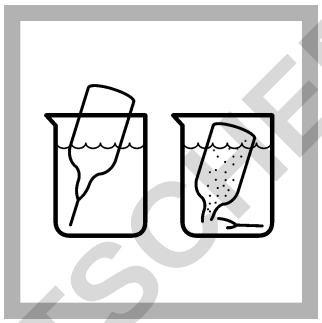


1. Lancez le programme **267 Iron, FerroVer AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

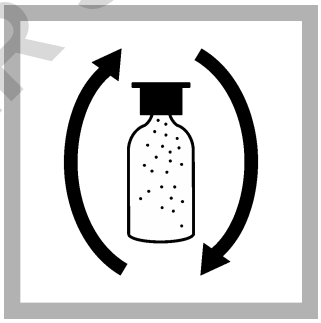
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



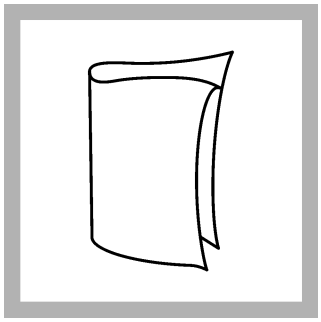
4. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.
La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

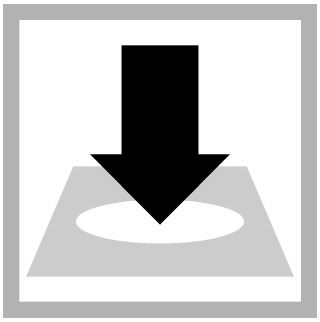


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

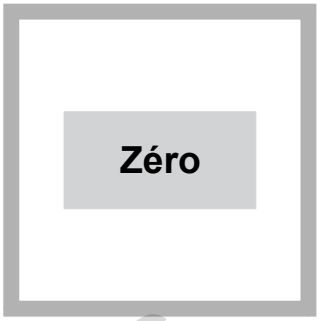
La couleur de l'échantillon devient orange en présence de fer. Laissez les échantillons contenant de la rouille réagir pendant au moins 5 minutes ou plus.



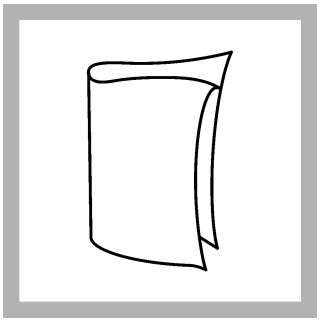
6. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



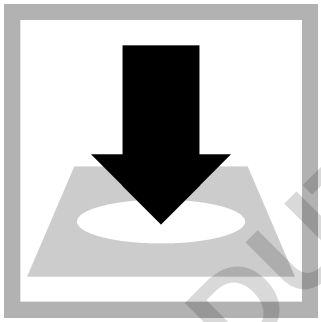
7. A la fin de la minuterie, insérez le blanc dans le porte-cuve.



8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Fe.



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Fe.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Calcium, Ca^{2+}	Aucun effet à moins de 10 000 mg/l en $CaCO_3$.
Chlorure, Cl^-	Aucun effet à moins de 185 000 mg/l..
Cuivre, Cu^{2+}	Aucun effet. Le réactif FerroVer contient un agent de masquage.
Niveaux élevés de fer	Inhibe le développement de couleur. Diluez l'échantillon et analysez-le à nouveau pour vérifier les résultats.
Oxyde de fer	Nécessite une minéralisation douce, vigoureuse ou au Digesdahl. Après minéralisation, ajustez le pH de l'échantillon entre 3 et 5 avec de l'hydroxyde de sodium et effectuez l'analyse.
Magnésium	Aucun effet à 100 000 mg/l en $CaCO_3$.
Molybdate, molybdène	Aucun effet à 50 mg/l en Mo.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Niveaux élevés de sulfure, S^{2-}	Prétraitez l'échantillon sous une hotte aspirante ou dans une zone bien ventilée avant l'analyse : **1.** Ajoutez 5 ml de solution d'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2) à 100 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 250 ml. **2.** Portez à ébullition pendant 20 minutes. **3.** Laissez la solution refroidir jusqu'à la température ambiante. **4.** Ajustez le pH sur 3 à 5 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N. **5.** Ajoutez de l'eau désionisée jusqu'à ce que le volume atteigne 100 ml. **6.** Utilisez l'échantillon traité au cours de la procédure d'analyse.
Turbidité	Prétraitez l'échantillon avant l'analyse : **1.** Ajoutez une mesure de 0,1 g de produit antirouille RoVer® dans le blanc. Faites tourner pour mélanger. **2.** Si l'échantillon reste trouble, ajoutez trois mesures de 0,2 g de produit antirouille RoVer dans 75 m d'échantillon. Laissez reposer pendant 5 minutes. **3.** Filtrez avec un filtre à membrane de 0,45 micron et son porte-filtre. **4.** Utilisez l'échantillon traité au cours de la procédure d'analyse.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH à 3–5.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon de fer, 25 mg/l
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.

   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,2, 0,4 et 0,6 ml de la solution étalon à trois nouveaux échantillons de 50 ml.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de fer, 100 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 2 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de fer à 2,00 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 2 ml de fer à 100 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
265	2,00 mg/l Fe	1,99–2,01 mg/l Fe	0,021 mg/l Fe
267	2,00 mg/l Fe	1,98–2,02 mg/l Fe	0,023 mg/l Fe

Résumé de la méthode

Le réactif au fer FerroVer convertit tout le fer soluble ainsi que la plupart de ses formes insolubles en fer ferreux soluble. Le fer ferreux réagit avec le témoin 1-10 phénanthroline du réactif et développe une couleur orange dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en fer. La longueur d'onde de mesure est de 510 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour fer FerroVer®[1], 10 ml	1	Lot de 100	2105769
OU			
Réactif pour fer FerroVer®, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2507025

[1] FerroVer est une marque déposée de Hach Company

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Solution étalon de fer, 100 mg/l Fe	100 ml	1417542
Solution étalon de fer, ampoule Voluette® de 10 ml, 25 mg/l Fe	Lot de 16	1425310
Etalon d'eau potable pour métaux, gamme basse pour Cu, Fe, Mn	500 ml	2833749
Etalon d'eau potable pour métaux, gamme haute pour Cu, Fe, Mn	500 ml	2833649
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Pipette, jaugée, classe A, 2 ml	1	1451536
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac®	1	2405200
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Filtre, membrane en fibre de verre, 1,5 micron, 47 mm	Lot de 100	253000
Porte-filtre à membrane, 47 mm	1	234000
Acide chlorhydrique, concentré	500 ml	13449
Acide nitrique concentré	500 ml	15249
Produit antirouille RoVer	454 g	30001
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	100 ml CGG	245032
Cuillère, mesure, 0,1 g	1	51100

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

HACH®
FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Fer, total

DOC316.53.01314

Méthode FerroVer®[1]

Méthode 10249

0,1 à 3,0, 1,0 à 30,0 et 10,0 à 300,0 mg/l Fe

Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour les eaux des champs de pétrole et gaz ; la minéralisation est requise pour déterminer le fer total.[2]

[1] Agréée par l'USEPA pour les rapports d'analyse des eaux résiduaires, Federal Register, 27 juin 1980; 45 (126:43459).
[2] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif pour fer FerroVer®, 10 ml	1
Solution EDTA, 1 M	2 gouttes
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1

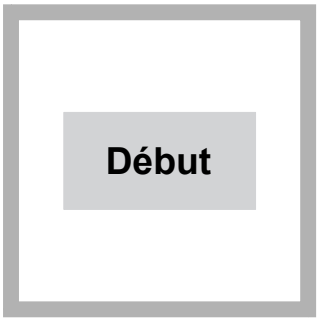
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Si le fer dissous seul doit être déterminé, filtrez l'échantillon immédiatement après sa prise et avant l'acidification.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 3–5 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

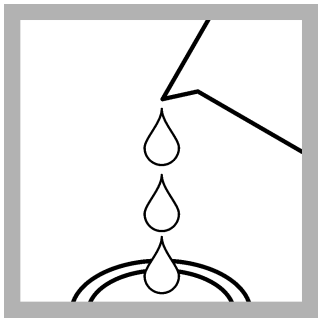
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure d'analyse



1. Lancez le programme **265 Iron, FerroVer**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

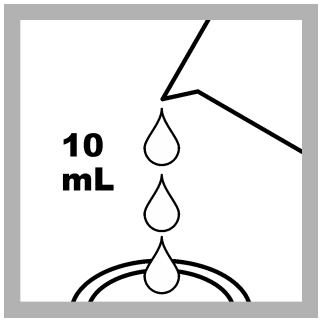
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



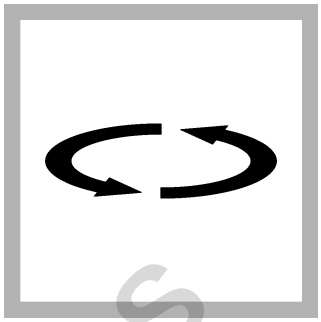
2. Remplissez d'échantillon une cuve d'échantillon propre :

- Utilisez 10 ml d'échantillon pour la gamme de 0,02 à 3,0 mg/l.
- Utilisez 1,0 ml d'échantillon pour la gamme de 0,2 à 30,0 mg/l avec un facteur de dilution de 10.
- Utilisez 0,1 ml d'échantillon pour la gamme de 2,0 à 300,0 mg/l avec un facteur de dilution de 100.

Remarque : *reportez-vous à la section* Définition du facteur de dilution *à la page 5*.



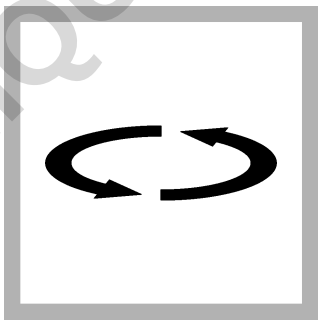
3. Si le volume de l'échantillon est inférieur à 10 ml, ajoutez de l'eau désionisée jusqu'au repère de 10 ml.



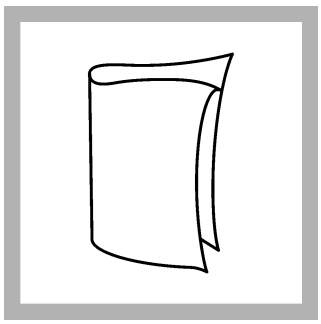
4. Faites tourner pour mélanger.



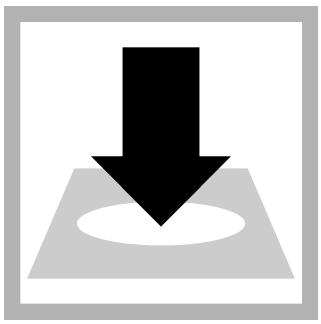
5. Ajoutez 2 gouttes de solution EDTA 1 M à l'échantillon.



6. Faites tourner pour mélanger.

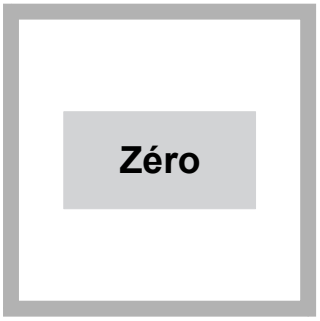


7. Nettoyez la cuve d'échantillon.

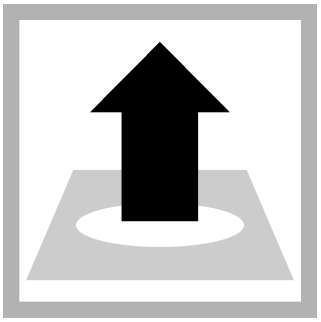


8. Insérez la cuve d'échantillon dans le porte-cuve.

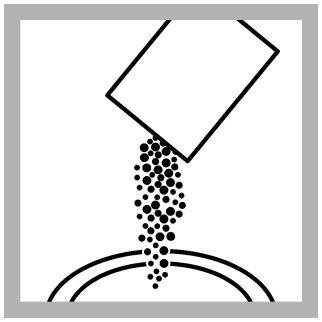
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



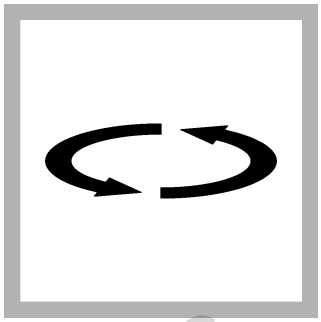
9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l Fe.



10. Retirez la cuve d'échantillon du porte-cuve.



11. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre de réactif au fer FerroVer dans la cuve d'échantillon.

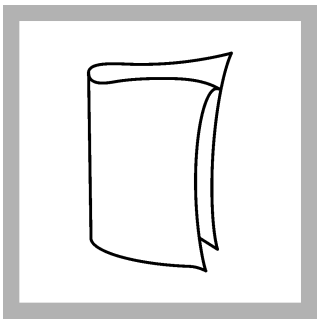


12. Faites tourner pour mélanger.
La précision n'est pas affectée par la présence de poudre non dissoute.

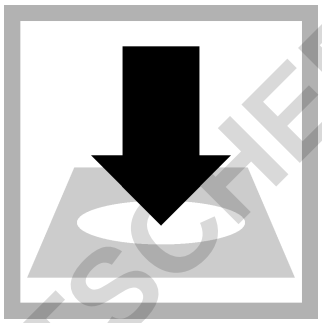


13. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

Si du fer est présent dans l'échantillon, une couleur orange se développe.



14. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon.



15. Insérez la cuve d'échantillon dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Fe.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Baryum, Ba^{2+}	La dilution des échantillons réduit la plupart des concentrations de baryum en dessous des niveaux d'interférence. Aucun effet n'est visible sur les échantillons analysés contenant moins de 50 mg/l de Ba. Aucun effet n'est visible lorsqu'un volume d'échantillon de 1,0 ou 0,1 ml est utilisé au cours de la procédure d'analyse. Des niveaux supérieurs peuvent générer de la turbidité. Utilisez 5 gouttes de solution EDTA dans le cadre de la procédure d'analyse et laissez l'échantillon réagir pendant 5 minutes.
Calcium, Ca^{2+}	Aucun effet à moins de 10 000 mg/l en $CaCO_3$.
Chlorure, Cl^-	Aucun effet à moins de 185 000 mg/l..
Cuivre, Cu^{2+}	Aucun effet. Le réactif FerroVer contient un agent de masquage.
Niveaux élevés de fer	Inhibe le développement de couleur. Diluez l'échantillon et analysez-le à nouveau pour vérifier les résultats.
Magnésium	Aucun effet à 100 000 mg/l en $CaCO_3$.
Molybdate, molybdène	Aucun effet à 50 mg/l en Mo.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Niveaux élevés de sulfure, S^{2-}	Prétraitez l'échantillon sous une hotte aspirante ou dans une zone bien ventilée avant l'analyse : **1.** Ajoutez 5 ml de solution d'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2) à 100 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 250 ml. **2.** Portez à ébullition pendant 20 minutes. **3.** Laissez la solution refroidir jusqu'à la température ambiante. **4.** Ajustez le pH sur 3 à 5 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N. **5.** Ajoutez de l'eau désionisée jusqu'à ce que le volume atteigne 100 ml. **6.** Utilisez l'échantillon traité au cours de la procédure d'analyse.
Strontium, Sr^{2+}	Le strontium ne crée pas d'interférence par lui-même. En revanche, l'association du strontium et du baryum entraîne la formation d'un précipité. La dilution des échantillons réduit la plupart des concentrations de strontium en dessous des niveaux d'interférence. Aucun effet n'est visible sur les échantillons analysés contenant moins de 50 mg/l d'une combinaison de Ba et Sr. Aucun effet n'est visible lorsqu'un volume d'échantillon de 1,0 ou 0,1 ml est utilisé dans le cadre de la procédure d'analyse. Des niveaux supérieurs peuvent générer de la turbidité. Utilisez 5 gouttes de solution EDTA dans le cadre de la procédure d'analyse et laissez l'échantillon réagir pendant 5 minutes.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH de l'échantillon sur 3-5 avant de commencer l'analyse. Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.

Définition du facteur de dilution

Les appareils dotés d'une option avec facteur de dilution peuvent inclure ce dernier dans le résultat et afficher la concentration de l'échantillon original sans dilution. Par exemple, si l'échantillon est dilué à un facteur de 10, l'appareil multiplie le résultat par 10 et présente le résultat calculé sur l'affichage de l'appareil.

1. Sélectionnez le facteur de dilution dans le menu de l'appareil, **Options>More>Dilution** (Options>Autres>Dilution).

   Remarque : *DR 1900 : sélectionnez* ***Options>Advanced Options>Dilution Factors>On*** *(Options>Options avancées>Facteurs de dilution>Activer).*

   Remarque : *les colorimètres incluent un facteur de dilution lorsque la forme chimique est définie. Sélectionnez* ***Options>Advanced Options>Chemical Form*** *(Options>Options avancées>Forme chimique) et sélectionnez LR, MR ou HR (gamme basse, moyenne ou haute).*
2. Entrez le facteur de dilution :
   - Echantillon de 1 ml dilué à 10 ml : facteur de dilution de 10.
   - Echantillon de 0,1 ml dilué à 10 ml : facteur de dilution de 100.
3. Appuyez sur **OK** pour confirmer. Appuyez à nouveau sur **OK**.
4. Appuyez sur **RETURN** (Retour) pour revenir à l'écran de mesure.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon de fer, 25 mg/l
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de fer, 100 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 2 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de fer à 2,00 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 2,00 ml de fer à 100 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
265	2,00 mg/l Fe	1,99–2,01 mg/l Fe	0,021 mg/l Fe

Résumé de la méthode

Le réactif au fer FerroVer convertit tout le fer soluble ainsi que la plupart de ses formes insolubles en fer ferreux soluble. Le fer ferreux réagit avec le témoin 1-10 phénanthroline du réactif et développe une couleur orange dont l'intensité est proportionnelle à la

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

concentration en fer. La longueur d'onde de mesure est de 510 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour fer FerroVer®[1], 10 ml	1	Lot de 100	2105769
Solution EDTA, 1 M	2 gouttes	50 ml FCGA	2241926

[1] FerroVer est une marque déposée de Hach Company

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de fer, 100 mg/l Fe	100 ml	1417542
Solution étalon de fer, ampoule Voluette® de 10 ml, 25 mg/l Fe	Lot de 16	1425310
Eau désionisée	4 l	27256
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Pipette, jaugée, classe A, 2 ml	1	1451536
Pro-pipette	1	1465100

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Acide chlorhydrique, concentré	500 ml	13449
Acide nitrique concentré	500 ml	15249
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	100 ml CGG	245032
Filtre, membrane en fibre de verre, 1,5 micron, 47 mm	Lot de 100	253000
Porte-filtre à membrane, 47 mm	1	234000
Produit antirouille RoVer	454 g	30001
Cuillère, mesure, 0,1 g	1	51100

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Manganèse, gamme basse

DOC316.53.01057

Méthode au 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN)[1] — Méthode 8149

0,006 à 0,700 mg/l Mn (gamme basse) — Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires ; la minéralisation est nécessaire pour les déterminations de manganèse total.

[1] Adaptée à partir du document Goto, K., et al., Talanta, 24, 652-3 (1977).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.
Rincez toute la verrerie avec une solution d'acide nitrique au 1/2 (50 %). Rincez de nouveau à l'eau désionisée.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
La solution alcaline cyanurée contient du cyanure. Consultez les fiches de données de sécurité (SDS) et appliquez les mesures de sécurité.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

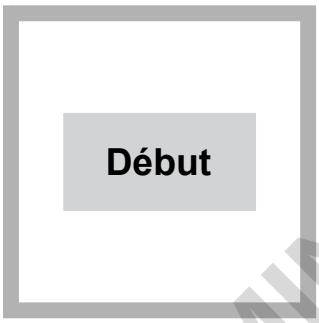
Description	Quantité
Réactif cyanure alcalin	12 gouttes
Eau désionisée	10 ml
Sachet de poudre d'acide ascorbique	2
Solution témoin de PAN, 0,1 %	12 gouttes
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

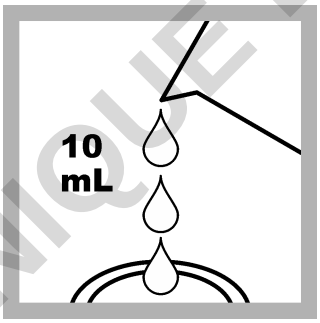
- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 4–5 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure avec sachet de poudre

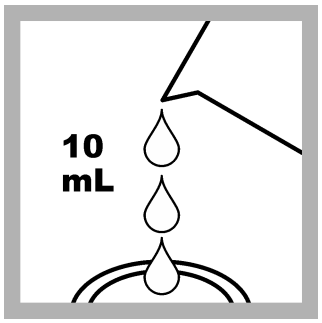


1. Lancez le programme **290 Manganese, LR PAN**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

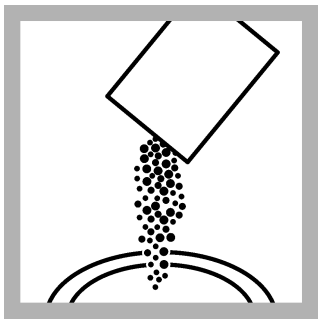
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'eau désionisée. Vous devez procéder à la minéralisation pour la détermination du manganèse total.

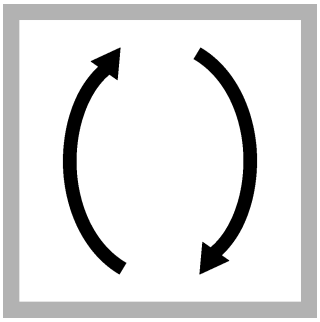


3. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

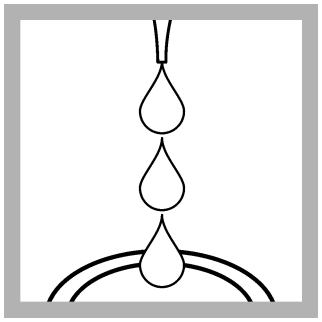


4. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre d'acide ascorbique dans chaque cuve d'échantillon.

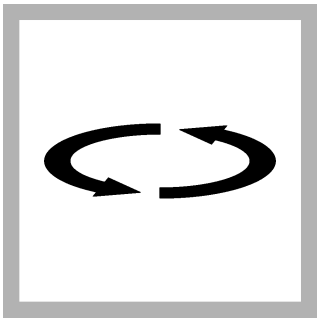
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



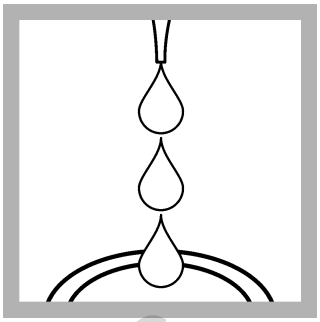
5. Bouchez les deux cuves d'échantillon. Retournez ces cuves pour dissoudre la poudre.



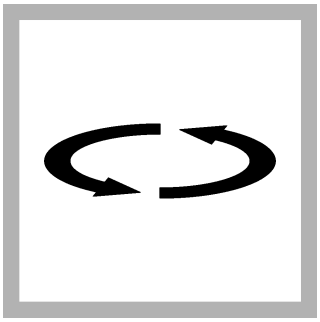
6. Ajoutez 12 gouttes de solution alcaline réactive au cyanure dans chaque cuve d'échantillon.



7. Faites tourner pour mélanger.
La solution peut commencer à présenter de la turbidité. Mais elle se dissipera au cours de l'étape suivante.



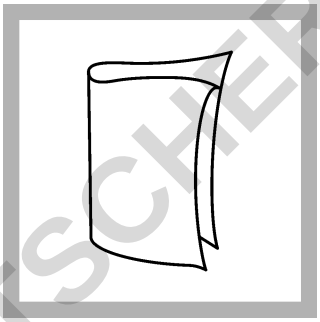
8. Ajoutez 12 gouttes de solution témoin PAN à 0,1 % dans chaque cuve.



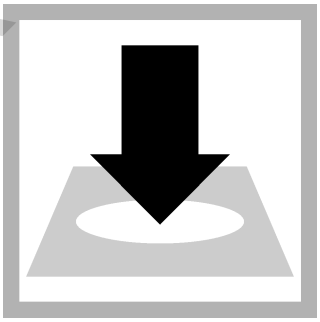
9. Faites tourner pour mélanger.
L'échantillon vire à l'orange en présence de manganèse.



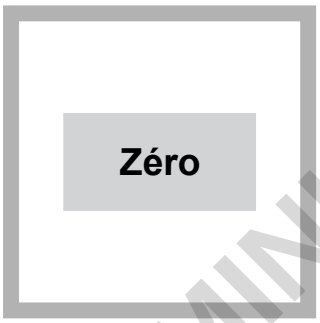
10. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.



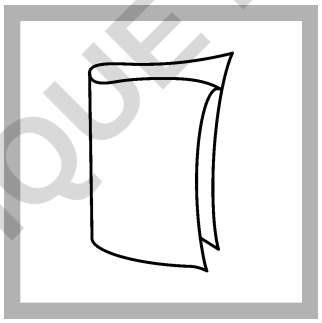
11. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



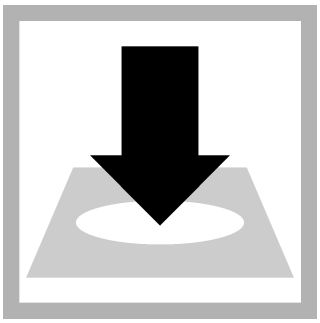
12. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 mg/l Mn.



14. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



15. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Mn.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	20 mg/l
Cadmium	10 mg/l
Calcium	1 000 mg/l en $CaCO_3$
Cobalt	20 mg/l
Cuivre	50 mg/l

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Dureté	Dans les échantillons ayant une dureté supérieure à 300 mg/l en $CaCO_3$, ajoutez 4 gouttes de solution de sel de Rochelle dans l'échantillon après l'addition du sachet de poudre d'acide ascorbique.
Fer	25 mg/l (si l'échantillon contient plus de 5 mg/l de fer, poussez le temps de réaction à 10 minutes).
Plomb	0,5 mg/l
Magnésium	300 mg/l en $CaCO_3$
Nickel	40 mg/l
Zinc	15 mg/l

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule PourRite® de solution étalon de manganèse, 10 mg/l Mn
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de manganèse Voluette, 250 mg/l Mn
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Pipette jaugée de 2,0 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1. Préparez une solution étalon de manganèse à 0,5 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 2,0 ml de manganèse à 250 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réelLe résultat doit être de 0,5 mg/l Mn.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
290	0,500 mg/l Mn	0,491–0,509 mg/l Mn	0,006 mg/l Mn

Résumé de la méthode

La méthode PAN est une procédure très sensible et rapide de mesure des fortes concentrations de manganèse. Le réactif avec acide ascorbique réduit toutes les formes oxydées de manganèse en Mn^{2+}. Le réactif au cyanure alcalin masque les interférences potentielles. Le témoin PAN réagit avec le Mn^{2+} et développe un complexe orangé. La longueur d'onde de mesure est de 560 nm.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour manganèse, 10 ml, inclut :	—	50 analyses	2651700
Réactif cyanure alcalin	12 gouttes	50 ml FCGA	2122326
Sachet de poudre d'acide ascorbique	2	Lot de 100	1457799
Solution témoin de PAN, 0,1 %	12 gouttes	50 ml FCGA	2122426
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de manganèse, 10 mg/l Mn, ampoule PourRite® de 2 ml	Lot de 20	2605820
Solution étalon de manganèse, 250 mg/l Mn, ampoule Voluette® de 10 ml	Lot de 16	1425810
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600
Etalon d'eau potable pour métaux, gamme haute pour Cu, Fe, Mn	500 ml	2833649

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Solution étalon de manganèse, ampoule PourRite® de 2 ml, 25 mg/l	Lot de 20	2112820
Acide nitrique concentré	500 ml	15249
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Pipette, jaugée, classe A, 2 ml	1	1451536
Solution de sel de Rochelle	29 ml	172533
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	100 ml CGG	245032

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Manganèse

DOC316.53.01058

USEPA[1] Méthode par oxydation au périodate[2] — Méthode 8034

0,1 à 20,0 mg/l Mn (HR) — Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour le manganèse soluble dans l'eau et les eaux résiduaires.

[1] Agréée par l'USEPA pour les rapports d'analyse sur les eaux résiduaires (minéralisation requise). Federal Register, 44(116)34 193 (14 juin, 1979).

[2] Adaptée à partir de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.

Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

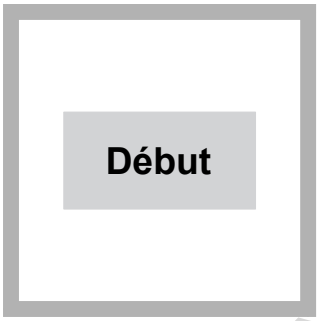
Description	Quantité
Kit de réactif pour manganèse gamme haute, 10 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

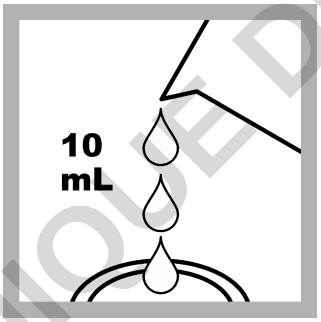
- Prélever les échantillons dans des flacons en plastique lavés à l'acide. N'utilisez pas de récipients en verre afin d'éviter toute absorption de manganèse dans le verre.
- Si seul le manganèse dissous doit être déterminé, filtrez l'échantillon avant l'addition d'acide.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 4–5 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5 N. Ne dépassez pas le pH 5 afin d'éviter de former un précipité de manganèse.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure avec sachet de poudre

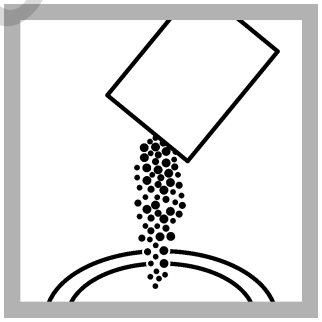


1. Lancez le programme **295 Manganese, HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

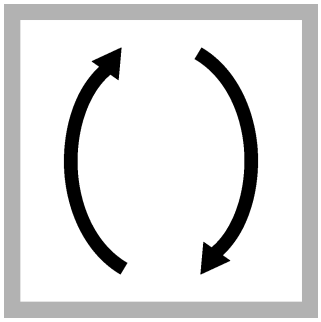
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

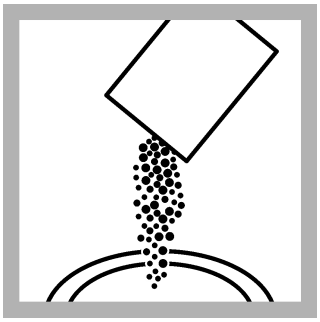


3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre tampon de type citrate pour le manganèse.

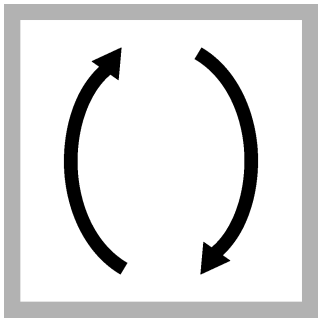


4. Bouchez la cuve d'échantillon. Retournez la cuve d'échantillon pour la mélanger.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



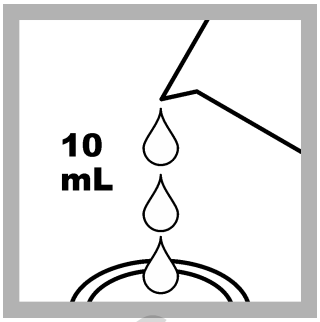
5. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre de périodate de sodium dans la cuve d'échantillon.



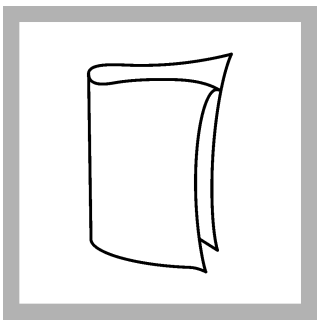
6. Bouchez la cuve d'échantillon. Retournez pour bien mélanger. Une couleur violette se développe en présence de manganèse dans l'échantillon.



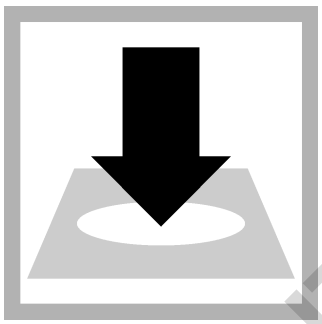
7. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.



8. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



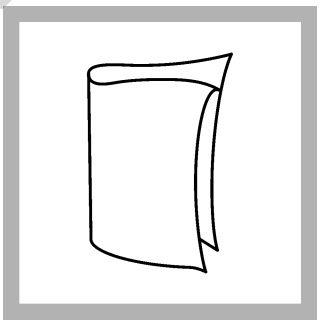
9. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



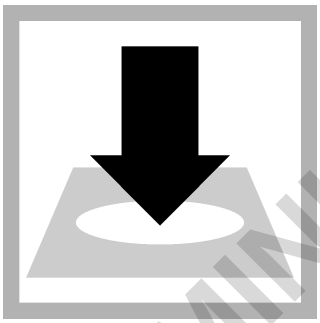
10. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l Mn.



12. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



13. Sous 8 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Mn.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Calcium	700 mg/l
Chlorure	70 000 mg/l
Fer	5 mg/l
Magnésium	100 000 mg/l
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon de manganèse, 250 mg/l Mn
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de manganèse, 1 000 mg/l
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Pipette jaugée de 10 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de manganèse à 10,0 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 10,00 ml de manganèse à 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
295	10,0 mg/l Mn	9,6–10,4 mg/l Mn	0,1 mg/l Mn

Résumé de la méthode

Le manganèse de l'échantillon est oxydé et passe à l'état de permanganate violet du fait de l'action du périodate de sodium, après tamponnage de l'échantillon avec du citrate. L'intensité de la couleur violette est directement proportionnelle à la concentration de manganèse. La longueur d'onde de mesure est de 525 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour manganèse, gamme haute, 10 ml, inclut :	1	Lot de 100	2430000
Sachet de poudre tampon, citrate pour manganèse, 10 ml	1	Lot de 100	2107669
Sachet de poudre de périodate de sodium pour manganèse, 10 ml	1	Lot de 100	2107769

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de manganèse, 1 000 mg/l Mn	100 ml	1279142
Solution étalon de manganèse, 250 mg/l Mn, ampoule Voluette® de 10 ml	Lot de 16	1425810
Eau désionisée	4 l	27256
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de manganèse, ampoule PourRite® de 2 ml, 25 mg/l	Lot de 20	2112820
Solution étalon de manganèse, 10 mg/l Mn, ampoule PourRite® de 2 ml	Lot de 20	2605820
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628

Réactifs et appareils en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	100 ml CGG	245032
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Pipette, jaugée, classe A, 10 ml	1	1451538

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Molybdène

DOC316.53.01062

Méthode avec complexe ternaire

Méthode 8169

0,02 à 3,00 mg/l Mo (gamme basse)

Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour les eaux de chaudières et tours de refroidissement.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Après plusieurs analyses, les cuves d'échantillon peuvent présenter une décoloration bleue. Nettoyez les cuves d'échantillon avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (50 %), puis rincez abondamment à l'eau désionisée.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

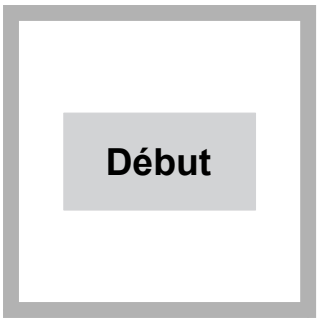
Description	Quantité
Kit de réactifs au molybdène pour échantillon de 20 ml	1
Réactif 1 pour molybdène (gamme basse), sachet de poudre molybdate, 20 ml	1
Solution de réactif 2 pour molybdène	0,5 ml
Eprouvette graduée pour mélange, 25 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

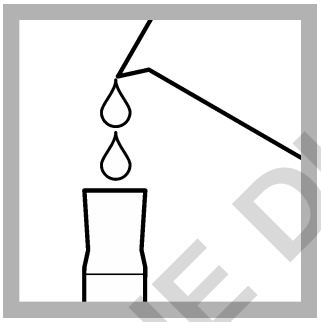
- Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Filtrez les échantillons troubles avec du papier-filtre et un entonnoir.

Procédure avec sachet de poudre



1. Lancez le programme **315 Molybdenum LR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

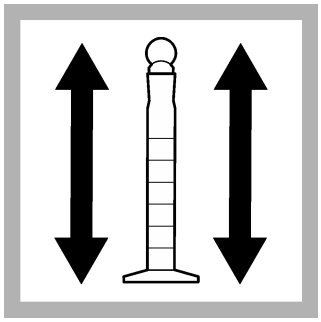
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : versez 20 ml d'échantillon dans une éprouvette graduée de mélange de 25 ml.

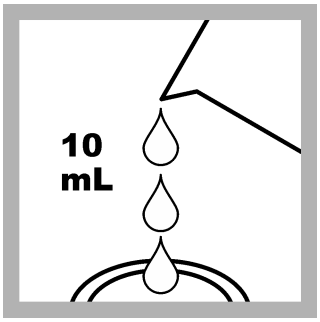


3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif 1 pour molybdène dans l'éprouvette de mélange.

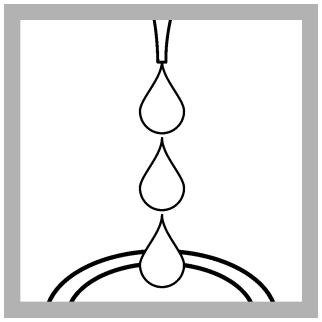


4. Fermez l'éprouvette. Agitez l'éprouvette pour dissoudre entièrement le réactif.

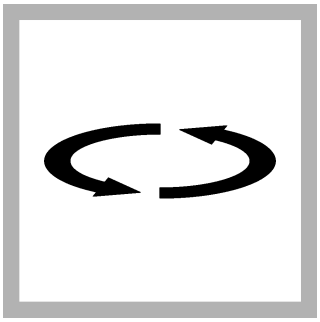
DISTRIBUE DUTSCHER SAS



5. Remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon préparé.



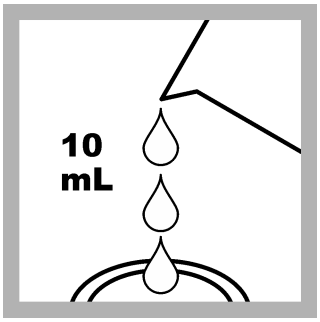
6. Développement de l'échantillon : ajoutez 0,5 ml de solution de réactif 2 pour molybdène dans la cuve de l'échantillon préparé.



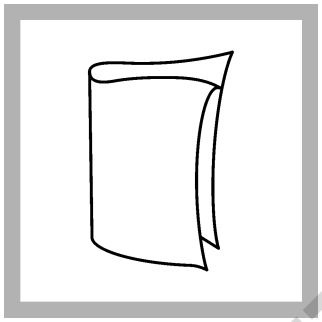
7. Faites tourner pour mélanger.



8. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.



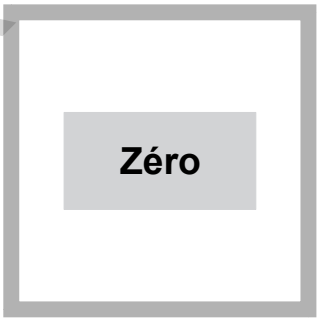
9. Préparation du blanc : à la fin de la minuterie, remplissez une deuxième cuve avec 10 ml d'échantillon préparé.



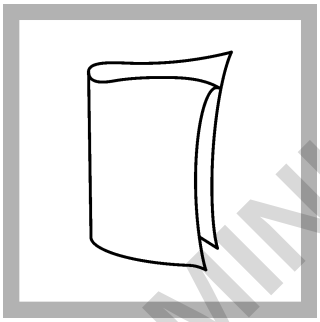
10. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



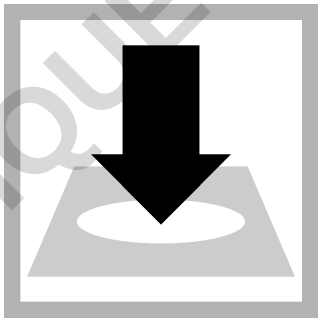
11. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Mo^{6+}.



13. Nettoyez l'échantillon développé.



14. Insérez l'échantillon développé dans le porte-cuve.



15. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Mo^{6+}.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

L'analyse des interférences a été effectuée avec une solution étalon de molybdène à 2 mg/l Mo^{6+} contenant l'ion potentiellement interférent. Lorsque la concentration de la solution étalon variait de ±5 % avec une concentration donnée de l'ion, l'ion était

considéré comme interférent. Les résultats de l'interférence sont résumés dans le Tableau 2, le Tableau 3 et le Tableau 4.

Tableau 2 Substances provoquant une interférence négative

Substance interférente	Niveau d'interférence
Alun	Au-dessus de 7 mg/l
Aluminium	Au-dessus de 2 mg/l
AMP (phosphonate)	Au-dessus de 15 mg/l
Bicarbonate	Au-dessus de 5 650 mg/l
Bisulfate	Au-dessus de 3 300 mg/l
Borate	Au-dessus de 5 250 mg/l
Chlorure	Au-dessus de 1 400 mg/l
Chrome	Au-dessus de 4,5 mg/l. Lisez la concentration du molybdène immédiatement après les 2 minutes de temps de réaction.
Cuivre	Au-dessus de 98 mg/l
Diéthanoldithiocarbamate	Au-dessus de 32 mg/l
EDTA	Au-dessus de 1 500 mg/l
Ethylène glycol	Au-dessus de 2 % (par volume)
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH sur 3–5 avec de l'acide (acide sulfurique, 1 N) ou une base (hydroxyde de sodium, 1 N). Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volume.
Fer	Au-dessus de 200 mg/l
Lignosulfonate	Au-dessus de 105 mg/l
Nitrite	Au-dessus de 350 mg/l
Orthophosphate	Au-dessus de 4 500 mg/l
Acide phosphonohydroxyacétique	Au-dessus de 32 mg/l
Phosphonate HEDP	Interférence positive d'environ 10 % jusqu'à 30 mg/l. Lorsque la concentration dépasse les 30 mg/l, une diminution de la concentration mesurée du molybdène se produit (interférence négative).
Sulfite	Au-dessus de 6 500 mg/l

Tableau 3 Substances provoquant une interférence positive

Substance interférente	Niveau d'interférence
Benzotriazole	Au-dessus de 210 mg/l
Carbonate	Au-dessus de 1 325 mg/l
Morpholine	Au-dessus de 6 mg/l
Phosphonate HEDP	Le phosphonate HEDP à des concentrations jusqu'à 30 mg/l augmente la concentration apparente de molybdène d'environ 10 % (interférence positive). Multipliez le résultat de l'analyse par 0,9 pour obtenir la concentration réelle en Mo^{6+}.
Silice	Au-dessus de 600 mg/l

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 4 Substances sans interférence

Substance interférente	Niveau d'interférence
Bisulfite	9 600 mg/l
Calcium	720 mg/l
Chlore	7,5 mg/l
Magnésium	8 000 mg/l
Manganèse	1 600 mg/l
Nickel	250 mg/l
PBTC (phosphonate)	500 mg/l
Sulfate	12 800 mg/l
Zinc	400 mg/l

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de molybdène, 1 000 mg/l Mo^{6+}
- Eprouvette graduée, 250 ml
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Erlenmeyer (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 200 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de molybdène, 10,00 mg/l
- Flacon jaugé de 50 ml, classe A
- Pipette jaugée de 10 ml, classe A et pro-pipette

- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de molybdène à 2,00 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 10,00 ml de molybdène à 10,00 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
315	2,00 mg/l Mo^{6+}	1,94–2,06 mg/l Mo^{6+}	0,02 mg/l Mo^{6+}

Résumé de la méthode

La méthode de détermination du molybdène avec un complexe ternaire fait réagir le molybdène (molybdate) avec un témoin et un agent de sensibilisation afin de produire un complexe bleu stable. La longueur d'onde de mesure est de 610 nm.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour molybdène, 20 ml, inclut :	—	100 analyses	2449400
Réactif 1 pour molybdène (gamme basse), sachet de poudre molybdate, 20 ml	1	Lot de 100	2352449
Solution de réactif 2 pour molybdène	0,5 ml	50 ml CGG	2352512

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml, bouchon en verre	1	1	189640
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de molybdène, 10 mg/l en Mo	100 ml	1418742
Solution étalon de molybdène, 1 000 mg/l en Mo	100 ml	1418642
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 250 ml	1	108146
Filtre, papier, 2–3 microns, plissé, 12,5 cm	Lot de 100	189457
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Erlenmeyer, 250 ml	1	50546
Pipette, jaugée, classe A, 10 ml	1	1451538
Pro-pipette	1	1465100
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Molybdène, gamme haute

DOC316.53.01061

Méthode à l'acide mercaptoacétique[1] **Méthode 8036**

0,2 à 40,0 mg/l Mo (HR) **Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires, les eaux de chaudières et tours de refroidissement.

[1] Adaptée à partir du document Analytical Chemistry, 25(9) 1363 (1953).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Filtrez les échantillons troubles avec du papier-filtre et un entonnoir.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif pour molybdène MolyVer® 1, 10 ml	1
Sachet de poudre de réactif pour molybdène MolyVer® 2, 10 ml	1
Sachet de poudre de réactif pour molybdène MolyVer® 3, 10 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Solution CDTA, 0,4 M	4 gouttes
MolyVer® 6, ampoule AccuVac®	1
Bécher, 50 ml	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

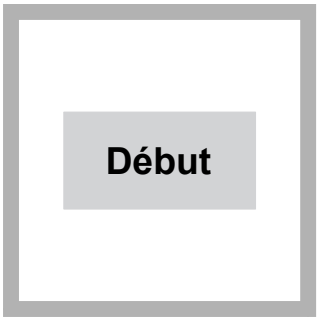
Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

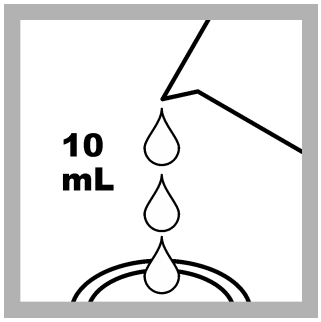
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure avec sachet de poudre

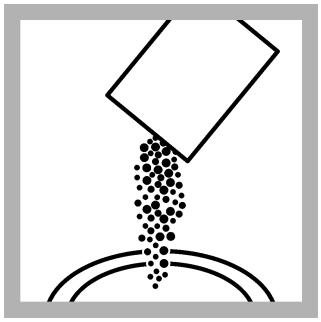


1. Lancez le programme **320 Molybdenum HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

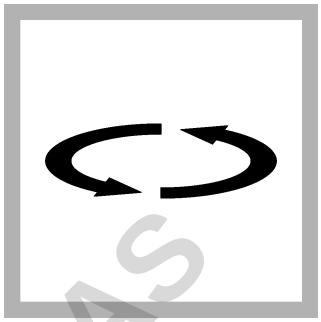
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



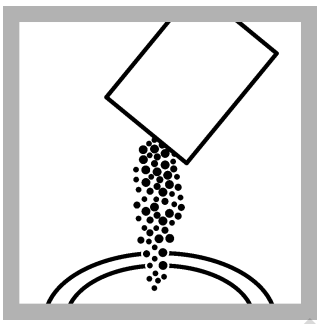
2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



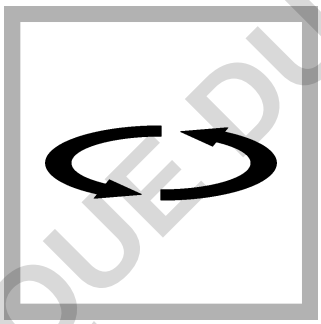
3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif MolyVer 1.



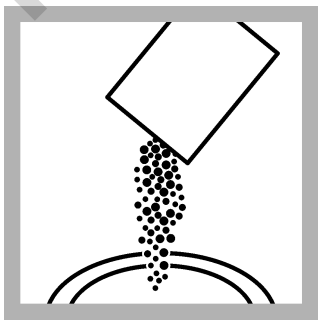
4. Faites tourner pour mélanger.



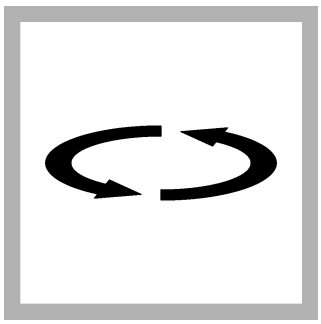
5. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre de réactif MolyVer 2.



6. Faites tourner pour mélanger.



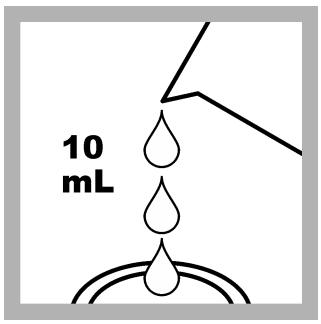
7. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif MolyVer 3.



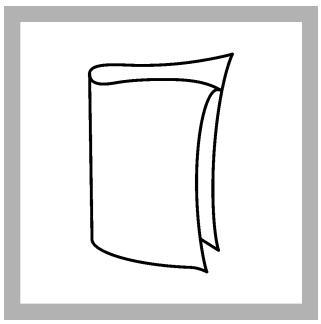
8. Faites tourner pour mélanger.
Une couleur jaune se développe en présence de molybdène (molybdate).



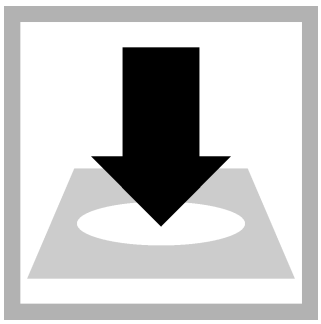
9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.



10. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

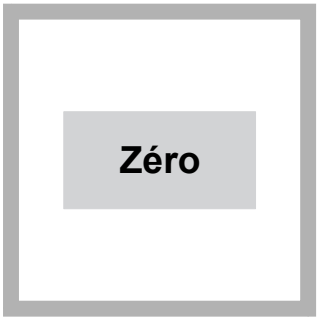


11. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

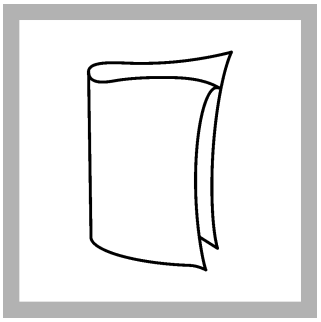


12. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

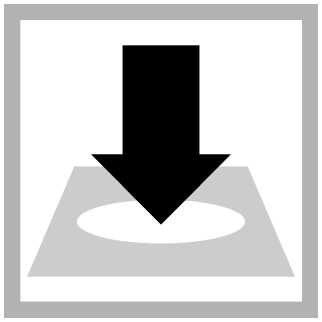
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/L Mo^{6+}.



14. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

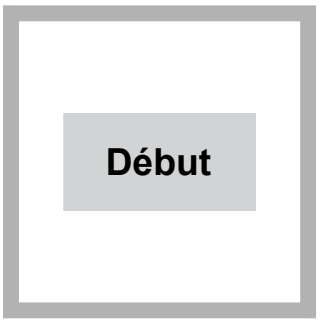


15. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



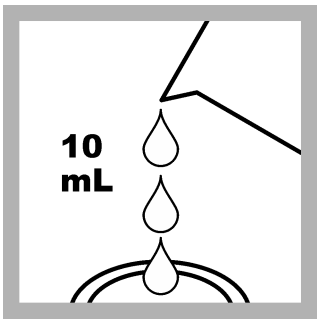
16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Mo^{6+}.

Procédure avec une ampoule AccuVac

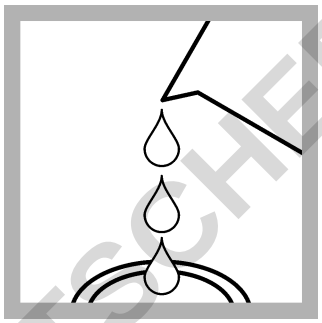


1. Lancez le programme **322 Molybdenum HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

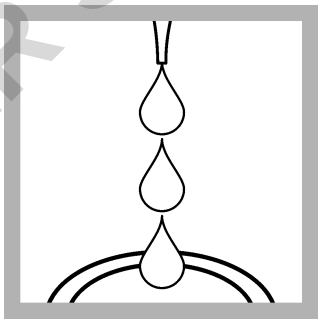
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



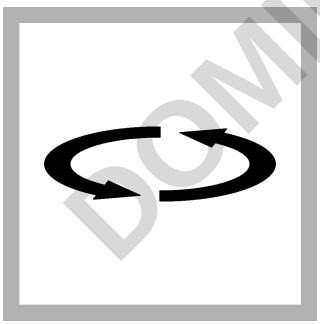
2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



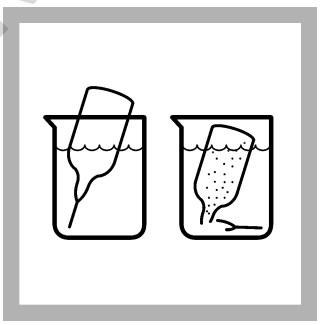
3. Préparation de l'échantillon : recueillez 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml.



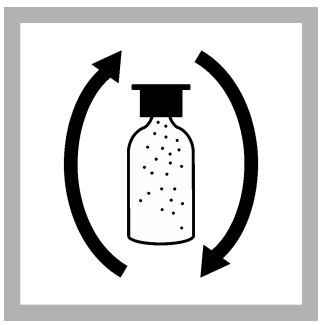
4. Ajoutez Ajoutez quatre gouttes de solution étalon CDTA 0,4 M à l'échantillon, dans le bécher .



5. Faites tourner pour mélanger.



6. Remplissez une ampoule AccuVac avec l'échantillon traité. Maintenez l'embout immergé pendant que l'ampoule se remplit complètement.

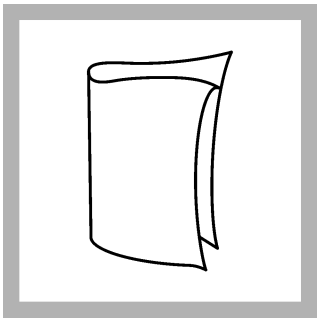


7. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.
Une couleur jaune se développe en présence de molybdène (molybdate).

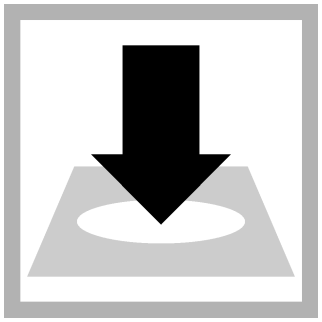


8. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.

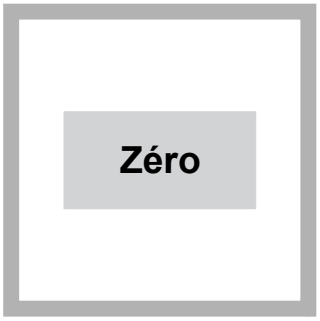
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



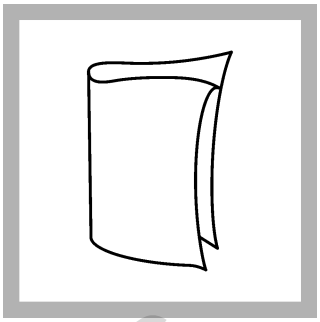
9. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



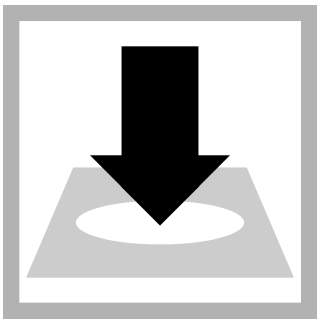
10. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/L Mo^{6+}.



12. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



13. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Mo^{6+}.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	Au-dessus de 50 mg/l
Chrome	Au-dessus de 1 000 mg/l
Cuivre	Les échantillons contenant 10 mg/l ou plus de cuivre présentent une interférence positive qui augmente avec le temps. Mesurez ces échantillons dès que possible après la période de réaction de 5 minutes.
Fer	Au-dessus de 50 mg/l
Nickel	Au-dessus de 50 mg/l
Nitrite	Ajoutez un sachet de poudre d'acide sulfamique dans l'échantillon pour supprimer les interférences pouvant atteindre 2 000 mg/l en NO_2^-.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de molybdène, 1 000 mg/l Mo^{6+}
- Eprouvettes de mélange, 50 ml (100 ml pour les ampoules AccuVac) (3)
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,2, 0,4 et 0,6 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 30 ml. Mélangez bien.

   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,4, 0,8 et 1,2 ml de la solution étalon à trois nouveaux échantillons de 60 ml.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de molybdène à 10 mg/l (en Mo^{6+})

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
320	10 mg/l Mo^{6+}	9,7–10,3 mg/l Mo^{6+}	0,2 mg/l Mo^{6+}
322	10 mg/l Mo^{6+}	9,7–10,3 mg/l Mo^{6+}	0,2 mg/l Mo^{6+}

Résumé de la méthode

Les réactifs MolyVer 1 et 2 sont ajoutés au tampon et conditionnent l'échantillon. Le réactif MolyVer 3 apporte l'acide mercaptoacétique qui réagit avec le molybdène (molybdate) et développe une couleur jaune dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en molybdène. La longueur d'onde de mesure est de 420 nm.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour molybdène, 10 ml, inclut :	—	100 analyses	2604100
Sachet de poudre de réactif pour molybdène MolyVer® 1, 10 ml	1	Lot de 100	2604299
Sachet de poudre de réactif pour molybdène MolyVer® 2, 10 ml	1	Lot de 100	2604399
Sachet de poudre de réactif pour molybdène MolyVer® 3, 10 ml	1	Lot de 100	2604499
OU			
Réactif MolyVer® 6, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2522025
Solution CDTA, 0,4 M	4 gouttes	15 ml FCGA	2615436

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de molybdène, 10 mg/l en Mo	100 ml	1418742
Solution étalon de molybdène, 1 000 mg/l en Mo	100 ml	1418642
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	50041H
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Filtre, papier, 2–3 microns, plissé, 12,5 cm	Lot de 100	189457
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Sachets de poudre d'acide sulfamique	Lot de 100	105599

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Nickel

DOC316.53.01063

Méthode au 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN)[1]

Méthode 8150

0,006 à 1,000 mg/l Ni

Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.

[1] Adaptée de Watanabe, H., Talanta, 21 295 (1974).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Afin de vous assurer que toutes les formes du métal sont mesurées, minéralisez l'échantillon à la chaleur et à l'acide. Utilisez la minéralisation douce ou énergique. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour plus d'informations.
Pour les spectrophotomètres, cette méthode permet de mesurer la concentration en cobalt sur le même échantillon avec le programme numéro 110.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

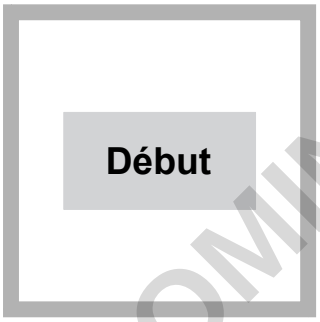
Description	Quantité
Sachet de poudre EDTA	2
Sachet de poudre de réactif phtalate-phosphate	2
Solution témoin de PAN, 0,3 %	1 ml
Eau désionisée	25 ml
Bouchons	2
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

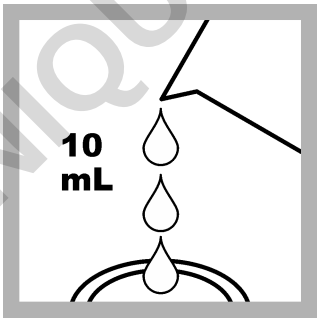
- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Si la température de l'échantillon est inférieure à 10 °C (50 °F), ramenez-le à la température ambiante avant l'analyse.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 3–8 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N. Ne dépassez pas le pH 8 afin d'éviter de former un précipité du métal.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure d'analyse

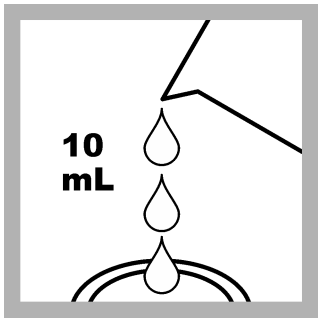


1. Lancez le programme **340 Nickel, PAN**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

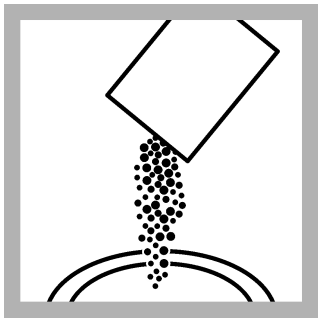
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'eau désionisée.

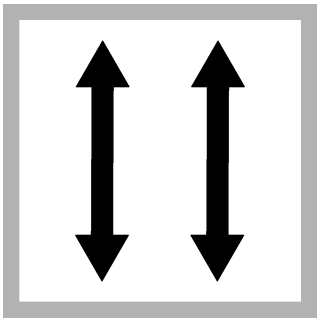


3. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



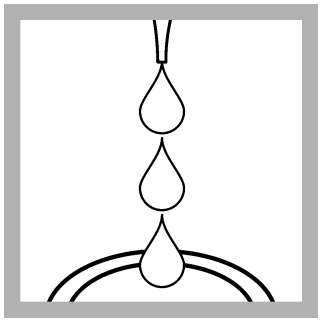
4. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif phthalate-phosphate dans chaque cuve.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

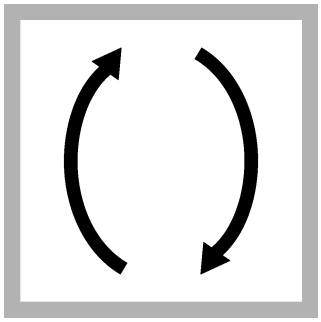


5. Fermez les cuves d'échantillon. Agitez-les immédiatement pour dissoudre le réactif.

Si l'échantillon contient du fer, assurez-vous que toute la poudre est dissoute avant d'ajouter la solution témoin de PAN.



6. Ajoutez 0,5 ml de solution témoin PAN à 0,3 % dans chaque cuve.

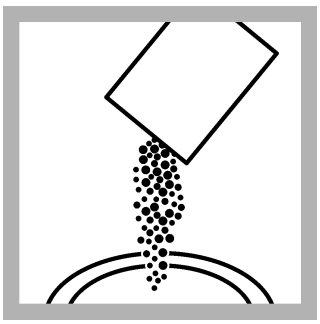


7. Bouchez les cuves d'échantillon. Retournez ces cuves plusieurs fois pour en mélanger le contenu.

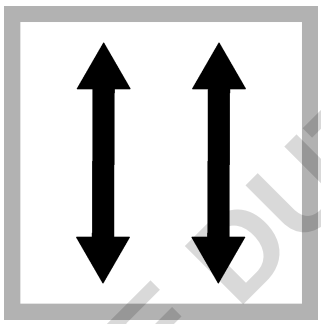


8. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 15 minutes commence.

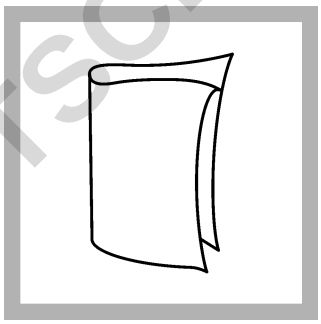
Pendant le développement de la couleur, la couleur de la solution échantillon peut varier du jaune-orange au rouge foncé, en fonction de la composition chimique de l'échantillon. Le blanc vire au jaune.



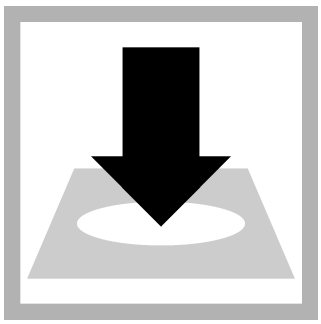
9. A la fin de la minuterie, ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif EDTA dans chaque cuve.



10. Fermez les cuves d'échantillon. Agitez-les pour dissoudre la poudre de réactif.



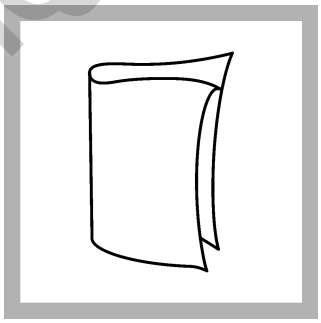
11. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



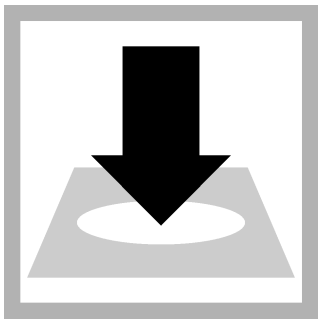
12. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l, Ni et Co (spectrophotomètres) ou mg/l, Ni (colorimètres) *.



14. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



15. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l, Ni et Co (spectrophotomètres) ou mg/l, Ni (colorimètres).

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

* « Zéro » des spectrophotomètres à 560 nm et 620 nm. « Zéro » des colorimètres à 560 nm.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Al^{3+}	32 mg/l
Ca^{2+}	1 000 mg/l en ($CaCO_3$)
Cd^{2+}	20 mg/l
Cl^{-}	8 000 mg/l
Agents chélateurs (p. ex., EDTA)	Interfèrent à tous les niveaux. Effectuez une minéralisation énergique ou Digesdahl pour éliminer cette interférence.
Cr^{3+}	20 mg/l
Cr^{6+}	40 mg/l
Cu^{2+}	15 mg/l
F^{-}	20 mg/l
Fe^{3+}	10 mg/l. Si l'échantillon contient du fer, assurez-vous que toute la poudre est dissoute avant d'ajouter le témoin de PAN.
Fe^{2+}	Interfère directement et ne doit pas être présent.
K^{+}	500 mg/l
Mg^{2+}	400 mg/l
Mn^{2+}	25 mg/l
Mo^{6+}	60 mg/l
Na^{+}	5 000 mg/l
Pb^{2+}	20 mg/l
Zn^{2+}	30 mg/l
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de nickel à 1 000 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Préparez une solution étalon de nickel à 50 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 5,00 ml d'une solution étalon de nickel à 1 000 mg/l dans un flacon jaugé de 100 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
3. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

4. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon préparée, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de nickel à 1 000 mg/l
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 10 ml, classe A et pro-pipette
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution mère de nickel à 5,00 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 5,00 ml d'une solution étalon de nickel à 1 000 mg/l dans un flacon jaugé de 1 l.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez la solution mère chaque jour.
2. Préparez une solution mère de nickel à 0,5 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 10,00 ml de nickel à 5,00 mg/l dans un flacon jaugé de 100 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez la solution étalon chaque jour.
3. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
4. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
340	0,500 mg/l Ni	0,492-0,508 mg/l Ni	0,006 mg/l Ni

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Résumé de la méthode

Une fois le pyrophosphate ajouté au tampon et masquant le Fe^{3+}, le nickel réagit avec le témoin 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol. Le témoin forme un complexe avec la plupart des métaux présents. Après développement de la coloration, l'EDTA est ajouté pour détruire tous les complexes métal - PAN sauf ceux du nickel et du cobalt. Les spectrophotomètres s'ajustent automatiquement pour l'interférence du cobalt en mesurant l'absorbance de l'échantillon à 560 et 620 nm. Cette méthode est unique, car le nickel et le cobalt peuvent être déterminés sur le même échantillon avec un spectrophotomètre. La longueur d'onde de la mesure est de 560 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour cobalt/nickel, PAN, 10 ml, inclut :	—	Lot de 100	2651600
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif EDTA	2	Lot de 100	700599
Sachet de poudre de réactif pour phtalate-phosphate, 10 ml	2	Lot de 100	2615199
Solution témoin de PAN, 0,3 %	1 ml	100 ml CGG	2150232
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de nickel, 1 000 mg/l Ni (NIST)	100 ml	1417642

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Pipette, jaugée, 5,00 ml	1	1451537
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, jaugée, classe A, 10 ml	1	1451538
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Eau désionisée	4 l	27256
Solution d'acide nitrique, au 1/2	500 ml	254049
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	100 ml CGG	245032

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Nitrate

DOC316.53.01067

Méthode par réduction au cadmium **Méthode 8192**

0,01 à 0,50 mg/l NO_3^-–N (gamme basse) **Sachets de poudre**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Cette méthode dépend de la technique utilisée. Le temps d'agitation et la technique utilisée déterminent le développement de la couleur. Pour des résultats plus précis, utilisez une solution étalon ne dépassant pas la gamme d'analyse et analysez-le plusieurs fois. Augmentez ou réduisez le temps d'agitation afin d'obtenir le résultat escompté. Utilisez le temps d'agitation ajusté pour les mesures d'échantillon.
Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du cadmium. Rincez la cuve d'échantillon immédiatement après son utilisation pour éliminer les particules de cadmium. Prenez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.
Un dépôt de métal non oxydé demeure au fond de la cuve d'échantillon après la dissolution du réactif. Ce dépôt n'a pas d'incidence sur les résultats.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif pour nitrate NitraVer® 6, 10 ml	1
Sachet de poudre de réactif pour nitrite NitriVer® 3, 10 ml	1
Eprouvette graduée pour mélange, 25 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

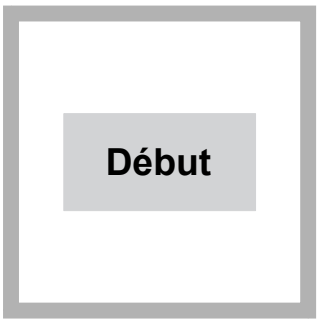
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Pour préserver les échantillons pendant un maximum de 28 jours, ajustez leur pH sur 2 ou moins avec de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre) et conservez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F). Les résultats de l'analyse incluent alors le nitrate et le nitrite.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

⚠ATTENTION

Exposition à des déchets dangereux. Les échantillons préparés contiennent du cadmium. Consultez la fiche de données de sécurité (SDS) pour prendre connaissance des instructions de manipulation et mise au rebut. Appliquez toutes les réglementations locales et régionales de mise au rebut.

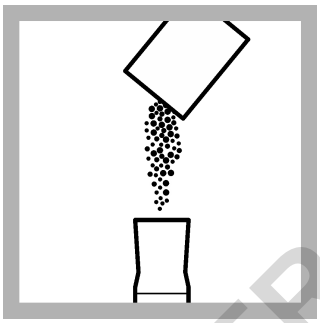


1. Lancez le programme **351 N, Nitrate LR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



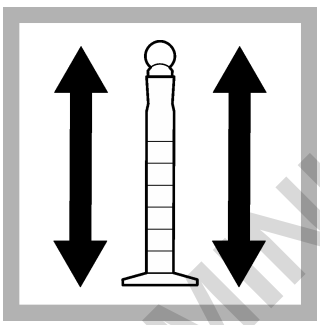
2. Remplissez l'éprouvette de mélange avec 15 ml d'échantillon.



3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif NitraVer 6 dans l'éprouvette. Fermez l'éprouvette.



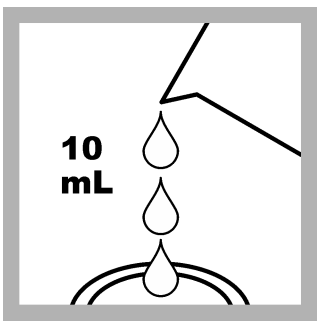
4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



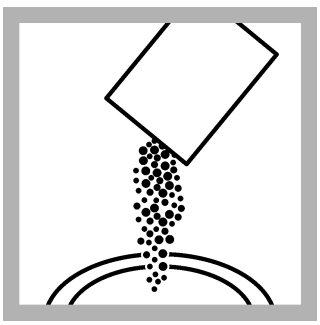
5. Agitez vigoureusement l'éprouvette pendant la période de réaction. Une partie de la poudre peut ne pas se dissoudre.



6. A la fin de la minuterie, remettez-la en marche. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes se lance.



7. Préparation de l'échantillon : à la fin de la minuterie, versez avec précaution 10 ml d'échantillon dans une cuve d'échantillon.
Ne transférez pas les particules de cadmium dans la cuve d'échantillon.

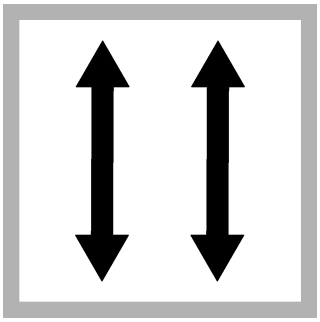


8. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif NitriVer 3 dans la cuve d'échantillon préparée.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



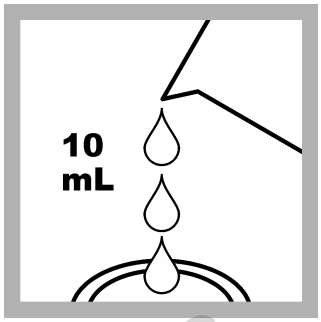
9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 30 secondes commence.



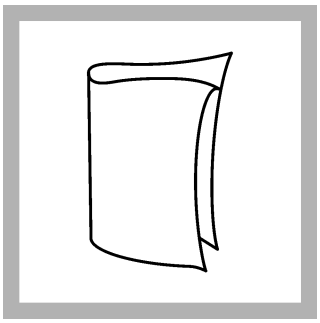
10. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez doucement la cuve d'échantillon après avoir réglé le minuteur sur 30 secondes. Une couleur rose se développe en présence de nitrate dans l'échantillon.



11. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 15 minutes commence.



12. Préparation du blanc : à la fin de la minuterie, remplissez une deuxième cuve avec 10 ml d'échantillon d'origine.



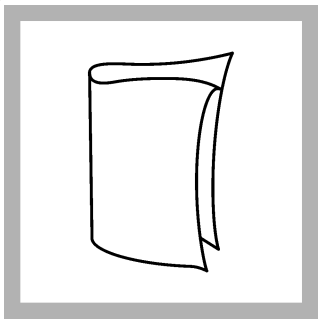
13. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



14. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



15. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l NO_3^-–N.



16. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



17. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



18. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_3^-–N.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Calcium	100 mg/l
Chlorure	Les concentrations de chlorure supérieures à 100 mg/l génèrent des résultats faibles. Cette analyse est pertinente pour les fortes concentrations de chlorure (eau de mer) si l'étalonnage se fait avec des étalons ayant la même concentration de chlorure que les échantillons (reportez-vous à la section Etalonnage de l'eau de mer à la page 5).
Fer ferrique	Interfère à tous les niveaux.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Nitrite	Interfère à tous les niveaux. Compensez l'interférence du nitrite de la façon suivante : **1.** Ajoutez 30 g/l d'eau de brome dans l'échantillon au compte-gouttes jusqu'à ce qu'une couleur jaune rémanente se forme. **2.** Ajoutez une goutte de solution de phénol à 30 g/l pour supprimer la couleur. **3.** Mesurez la concentration de l'échantillon traité comme décrit dans la procédure. Reportez les résultats en tant que nitrate total et nitrite.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.
Substances réductrices et fortement oxydantes	Interfèrent à tous les niveaux.

Etalonnage de l'eau de mer

Les concentrations de chlorure supérieures à 100 mg/l génèrent des résultats faibles. Pour utiliser cette méthode avec des échantillons présentant de fortes concentrations en chlorure, étalonnez l'appareil avec des solutions étalon de nitrate contenant la même quantité de chlorure que les échantillons.
Préparez des étalons contenant du chlorure et du nitrate à 1,0, 3,0, 5,0 et 10,0 mg/l (en NO_3^-–N) de la façon suivante :

1. Préparez un 1 litre d'eau contenant du chlorure à la même concentration que les échantillons.
   a. Pesez la quantité applicable de chlorure de sodium de qualité ACS : (concentration de chlorure des échantillons en g/l) x (1,6485) = g de NaCl par litre.
      Remarque : *la concentration type de chlorure est de 18,8 g/l dans l'eau de mer.*
   b. Ajoutez le chlorure de sodium dans un flacon jaugé d'un litre.
   c. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez complètement. Utilisez cette eau comme eau de dilution pour préparer les solutions étalon de nitrate.
2. Utilisez une pipette pour ajouter 1,0, 3,0, 5,0 et 10,0 ml de solution étalon nitrate-azote à 100 mg/l (NO_3^-–N) dans quatre flacons jaugés de 100 ml, classe A.
3. Diluez jusqu'au repère avec l'eau contenant du chlorure que vous avez préparée. Mélangez complètement.
4. Répétez la procédure d'analyse pour chaque solution étalon et pour l'eau chlorée préparée (pour une solution étalon à 0 mg/l).
5. Mesurez l'absorbance des solutions étalon et saisissez un étalonnage utilisateur dans l'appareil.
6. Utilisez le programme utilisateur pour mesurer des échantillons contenant de fortes concentrations de chlorure.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote nitrique, 100 mg/l NO_3^-–N
- Flacon jaugé de 50 ml, classe A

- Pipette jaugée de 6 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Préparez une solution étalon de azote nitrique à 12 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 6,0 ml d'une solution étalon NO_3^-–N à 100 mg/l dans un flacon jaugé de 50 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
3. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
4. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon préparée, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 15 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote nitrique, 10 mg/l NO_3^-–N
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 4 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de azote nitrique à 0,40 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 4,00 ml d'azote nitrique à 10 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
351	0,40 mg/l NO_3^-–N	0,35–0,45 mg/l NO_3^-–N	0,003 mg/l NO_3^-–N

Résumé de la méthode

Le cadmium métal réduit le nitrate de l'échantillon en nitrite. L'ion nitrite réagit dans un milieu acide avec l'acide sulfanilique pour former un sel de diazonium intermédiaire. Le sel s'associe avec l'acide chromotropique pour former un produit de couleur rose. La longueur d'onde de mesure est de 507 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du cadmium et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour nitrate, gamme basse, 10 ml	1	Lot de 100	2429800
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif pour nitrate NitraVer® 6, 10 ml	1	Lot de 100	2107249
Sachet de poudre de réactif pour nitrite NitriVer® 3, 10 ml	1	Lot de 100	2107169

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml avec bouchon	1	1	2088640
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Solution étalon d'azote nitrique, 10,0 mg/l NO_3–N	500 ml	30749
Solution étalon d'azote nitrique, 100 mg/l NO_3–N	500 ml	194749
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696

Réactifs et appareils en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Pipette, jaugée, classe A, 4,00 ml	1	1451504
Flacon, jaugé, 50 ml	1	1457441
Pro-pipette	1	1465100
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	1 l	245053
Acide sulfurique, concentré, ACS	500 ml	97949
Chlorure de sodium, ACS	454 g	18201H
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Nitrate, gamme moyenne

DOC316.53.01069

Méthode par réduction au cadmium **Méthode 8171**

0,1 à 10,0 mg/l NO_3^-–N (gamme moyenne, spectrophotomètres) **Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®**

0,2 à 5,0 mg/l NO_3^-–N (gamme moyenne, colorimètres)

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Cette méthode dépend de la technique utilisée. Le temps d'agitation et la technique utilisée déterminent le développement de la couleur. Pour des résultats plus précis, utilisez une solution étalon ne dépassant pas la gamme d'analyse et analysez-le plusieurs fois. Augmentez ou réduisez le temps d'agitation afin d'obtenir le résultat escompté. Utilisez le temps d'agitation ajusté pour les mesures d'échantillon.
Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du cadmium. Rincez la cuve d'échantillon immédiatement après son utilisation pour éliminer les particules de cadmium. Prenez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.
Un dépôt de métal non oxydé demeure au fond de la cuve d'échantillon après la dissolution du réactif. Ce dépôt n'a pas d'incidence sur les résultats.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif pour nitrate NitraVer® 5, 10 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2
Bouchon, néoprène n° 1	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Réactif pour nitrate NitraVer® 5, ampoule AccuVac	1
Bécher, 50 ml	1
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

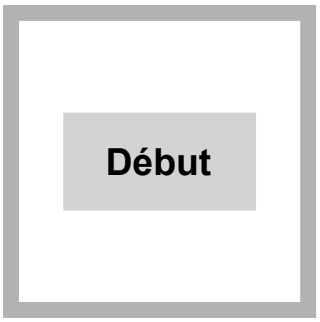
Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

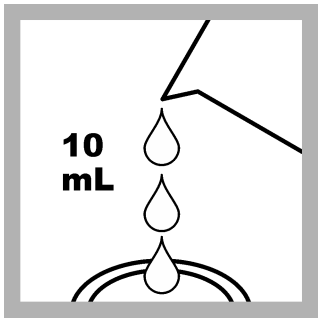
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Pour préserver les échantillons pendant un maximum de 28 jours, ajustez leur pH sur 2 ou moins avec de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre) et conservez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F). Les résultats de l'analyse incluent alors le nitrate et le nitrite.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure avec sachet de poudre



1. Lancez le programme **353 N, Nitrate MR PP**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



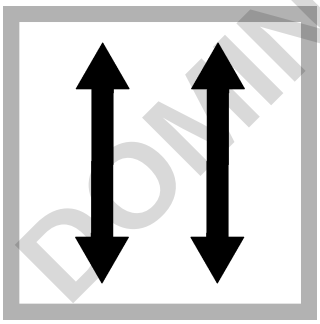
2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre dans la cuve d'échantillon.



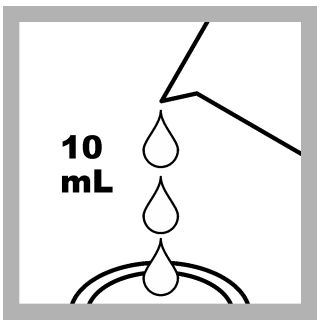
4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1 minute commence.



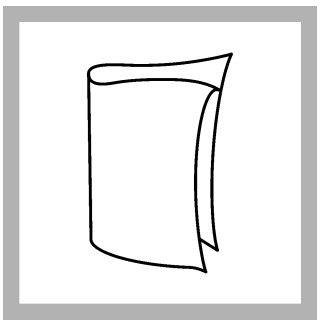
5. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez vigoureusement la cuve d'échantillon jusqu'à la fin de la minuterie. Certaines matières solides ne se dissolvent pas. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur les résultats.



6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence. Une couleur ambrée se développe en présence de nitrate.

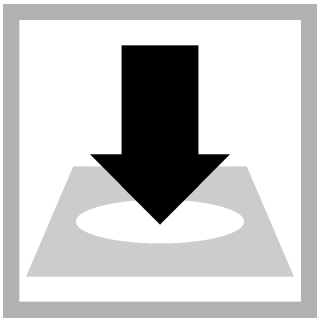


7. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

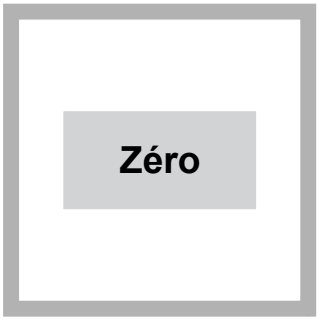


8. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

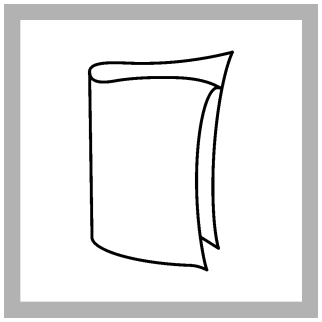
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



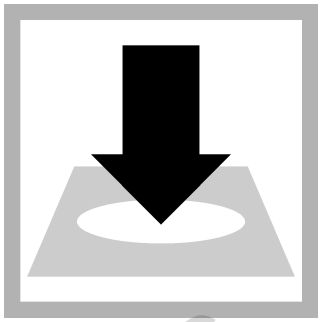
9. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l NO_3^-–N.



11. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

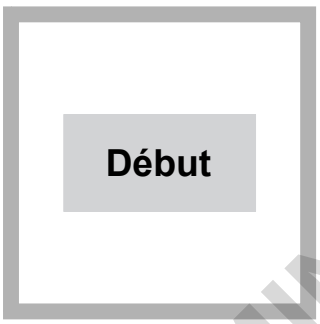


12. Sous 2 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



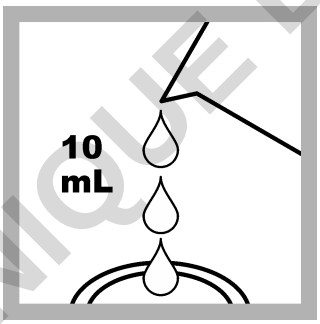
13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_3^-–N.

Procédure avec une ampoule AccuVac

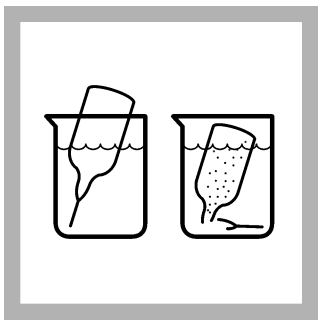


1. Lancez le programme **359 N, Nitrate MR AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

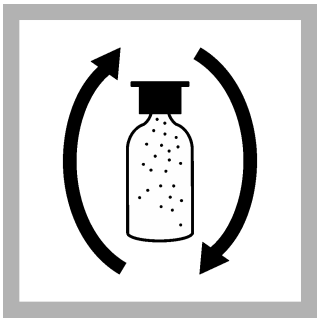


3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1 minute commence.

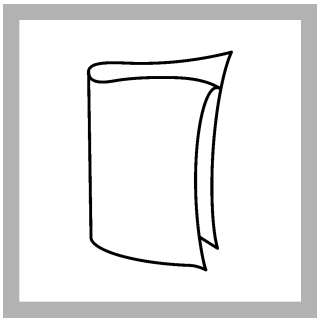
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



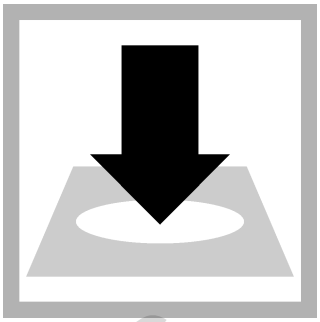
5. Utilisez un bouchon pour fermer le bout de l'ampoule. Retournez l'ampoule entre 48 et 52 fois pendant que la minuterie est en marche.



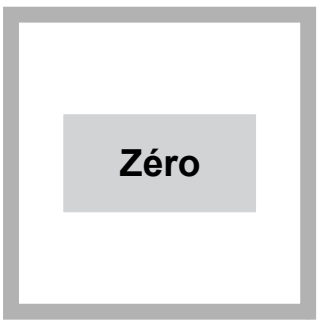
6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence. Une couleur ambrée se développe en présence de nitrate.



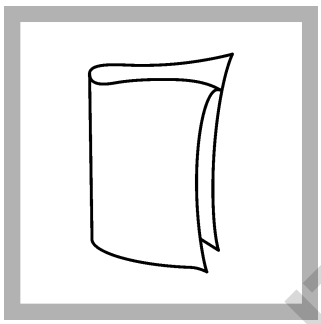
7. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



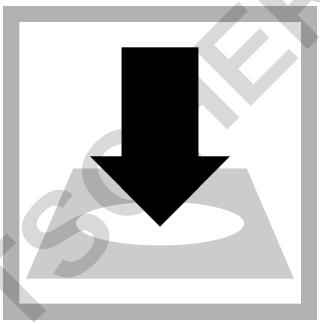
8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l NO_3^-–N.



10. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



11. Sous 2 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_3^-–N.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Chlorure	Les concentrations de chlorure supérieures à 100 mg/l génèrent des résultats faibles. Cette analyse est pertinente pour les fortes concentrations de chlorure (eau de mer) si l'étalonnage se fait avec des étalons ayant la même concentration de chlorure que les échantillons (reportez-vous à la section Etalonnage de l'eau de mer à la page 6).
Fer ferrique	Interfère à tous les niveaux.
Nitrite	Interfère à tous les niveaux. Compensez l'interférence du nitrite de la façon suivante : **1.** Ajoutez 30 g/l d'eau de brome dans l'échantillon au compte-gouttes jusqu'à ce qu'une couleur jaune rémanente se forme. **2.** Ajoutez une goutte de solution de phénol à 30 g/l pour supprimer la couleur. **3.** Mesurez la concentration de l'échantillon traité comme décrit dans la procédure. Reportez les résultats en tant que nitrate total et nitrite.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.
Substances réductrices et fortement oxydantes	Interfèrent à tous les niveaux.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Etalonnage de l'eau de mer

Les concentrations de chlorure supérieures à 100 mg/l génèrent des résultats faibles. Pour utiliser cette méthode avec des échantillons présentant de fortes concentrations en chlorure, étalonnez l'appareil avec des solutions étalon de nitrate contenant la même quantité de chlorure que les échantillons.
Préparez des étalons contenant du chlorure et du nitrate à 1,0, 3,0, 5,0 et 10,0 mg/l (en NO_3^-–N) de la façon suivante :

1. Préparez un 1 litre d'eau contenant du chlorure à la même concentration que les échantillons.
   a. Pesez la quantité applicable de chlorure de sodium de qualité ACS : (concentration de chlorure des échantillons en g/l) x (1,6485) = g de NaCl par litre.
      Remarque : *la concentration type de chlorure est de 18,8 g/l dans l'eau de mer.*
   b. Ajoutez le chlorure de sodium dans un flacon jaugé d'un litre.
   c. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez complètement. Utilisez cette eau comme eau de dilution pour préparer les solutions étalon de nitrate.
2. Utilisez une pipette pour ajouter 1,0, 3,0, 5,0 et 10,0 ml de solution étalon nitrate-azote à 100 mg/l (NO_3^-–N) dans quatre flacons jaugés de 100 ml, classe A.
3. Diluez jusqu'au repère avec l'eau contenant du chlorure que vous avez préparée. Mélangez complètement.
4. Répétez la procédure d'analyse pour chaque solution étalon et pour l'eau chlorée préparée (pour une solution étalon à 0 mg/l).
5. Mesurez l'absorbance des solutions étalon et saisissez un étalonnage utilisateur dans l'appareil.
6. Utilisez le programme utilisateur pour mesurer des échantillons contenant de fortes concentrations de chlorure.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote nitrique, 100 mg/l NO_3^-–N
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
   Remarque : *Pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,1, 0,2 et 0,3 ml d'une solution étalon NO_3^-–N à 500 mg/l dans trois portions d'échantillon frais de 50 ml.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.

7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote nitrique, 100 mg/l NO_3^-–N
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de azote nitrique à 5,0 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 5,0 ml d'azote nitrique à 100 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
353	5,0 mg/l NO_3^-–N	4,8–5,2 mg/l NO_3^-–N	0,04 mg/l NO_3^-–N
359	5,0 mg/l NO_3^-–N	4,6–5,4 mg/l NO_3^-–N	0,05 mg/l NO_3^-–N

Résumé de la méthode

Le cadmium métal réduit le nitrate de l'échantillon en nitrite. L'ion nitrite réagit dans un milieu acide avec l'acide sulfanilique pour former un sel de diazonium intermédiaire. Le sel s'associe avec l'acide gentisique et forme une solution de couleur ambrée. La longueur d'onde de mesure est de 400 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du cadmium et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour nitrate NitraVer® 5, 10 ml	1	Lot de 100	2106169
OU			
Réactif pour nitrate NitraVer® 5, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2511025

Accessoire nécessaire pour les sachets de poudre

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bouchon, néoprène, plein, taille n° 2	2	Lot de 12	1480802

Accessoires requis pour les ampoules AccuVac

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Mélange d'étalon d'eau potable, produits inorganiques contenant F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 ml	2833049
Solution étalon d'azote nitrique, 100 mg/l NH_3-N	500 ml	194749
Solution étalon d'azote nitrique, ampoule Voluette®, 500 mg/l NO_3–N	Lot de 16	1426010

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	2088641
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Pipette, jaugée, 5,00 ml	1	1451537
Pro-pipette	1	1465100
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	1 l	245053
Acide sulfurique, concentré, ACS	500 ml	97949
Eau désionisée	4 l	27256

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Nitrate

DOC316.53.01066

Méthode par réduction au cadmium

Méthode 8039

0,3 à 30,0 mg/l NO_3^-N (gamme haute)

Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Cette méthode dépend de la technique utilisée. Le temps d'agitation et la technique utilisée déterminent le développement de la couleur. Pour des résultats plus précis, utilisez une solution étalon ne dépassant pas la gamme d'analyse et analysez-le plusieurs fois. Augmentez ou réduisez le temps d'agitation afin d'obtenir le résultat escompté. Utilisez le temps d'agitation ajusté pour les mesures d'échantillon.
Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du cadmium. Rincez la cuve d'échantillon immédiatement après son utilisation pour éliminer les particules de cadmium. Prenez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.
Un dépôt de métal non oxydé demeure au fond de la cuve d'échantillon après la dissolution du réactif. Ce dépôt n'a pas d'incidence sur les résultats.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif pour nitrate NitraVer® 5, 10 ml	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Réactif pour nitrate NitraVer® 5, ampoule AccuVac®	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.

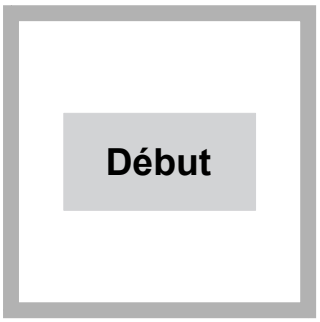
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

- Pour préserver les échantillons pendant un maximum de 28 jours, ajustez leur pH sur 2 ou moins avec de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre) et conservez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F). Les résultats de l'analyse incluent alors le nitrate et le nitrite.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure avec sachet de poudre

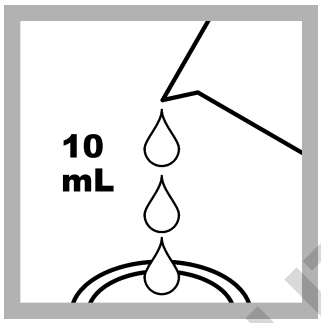
⚠ ATTENTION

Exposition à des déchets dangereux. Les échantillons préparés contiennent du cadmium. Consultez la fiche de données de sécurité (SDS) pour prendre connaissance des instructions de manipulation et mise au rebut. Appliquez toutes les réglementations locales et régionales de mise au rebut.



1. Lancez le programme **355 N, Nitrate HR PP**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

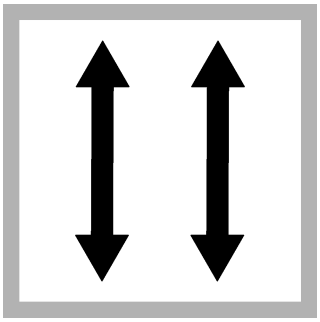


3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif pour nitrate NitraVer 5. Bouchez la cuve d'échantillon.



4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1 minute commence.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

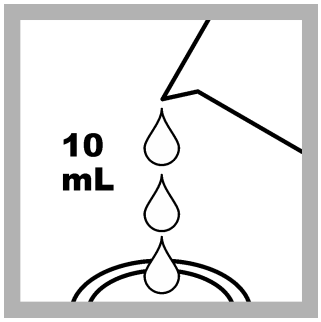


5. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez vigoureusement la cuve jusqu'à la fin de la minuterie. Une partie de la poudre peut ne pas se dissoudre. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur les résultats.

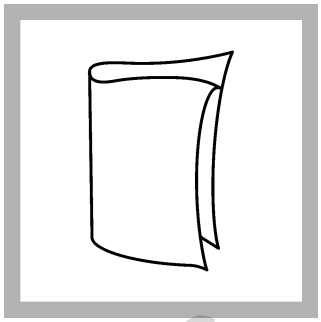


6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.

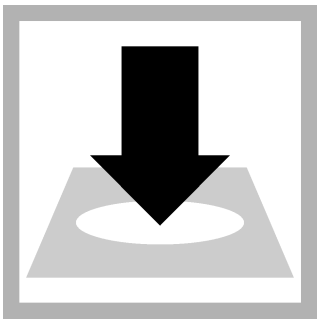
Une couleur ambrée se développe en présence de nitrate.



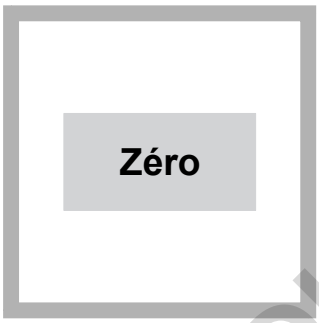
7. Préparation du blanc : à la fin de la deuxième minuterie, remplissez une deuxième cuve avec 10 ml d'échantillon.



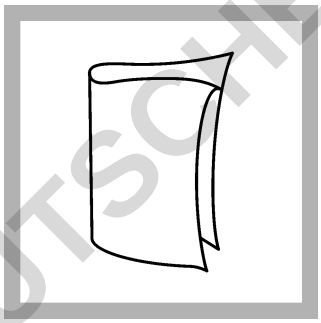
8. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



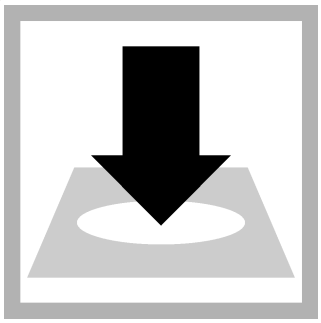
9. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l NO_3^-–N.



11. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



12. Sous 1 minute après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



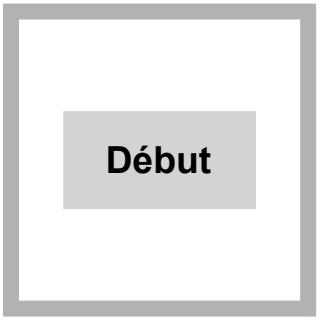
13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_3^-–N.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec une ampoule AccuVac

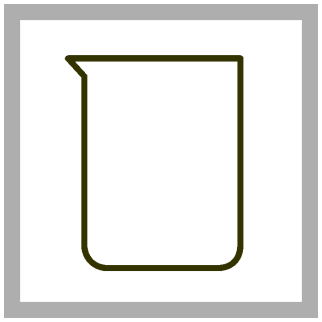
⚠ATTENTION

Exposition à des déchets dangereux. Les échantillons préparés contiennent du cadmium. Consultez la fiche de données de sécurité (SDS) pour prendre connaissance des instructions de manipulation et mise au rebut. Appliquez toutes les réglementations locales et régionales de mise au rebut.

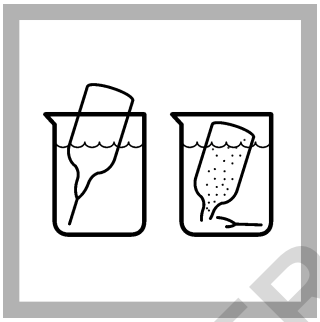


1. Lancez le programme **361 N, Nitrate HR AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



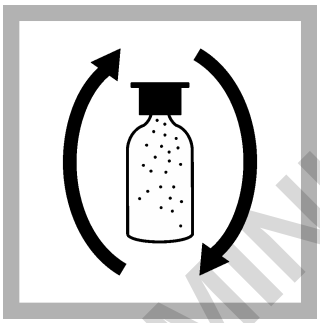
2. Préparation de l'échantillon : collectez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml.



3. Tapotez le fond d'une ampoule AccuVac de réactif nitrate NitraVer 5 afin de déloger la poudre. Remplissez l'ampoule avec de l'échantillon. Maintenez l'embout immergé pendant que l'ampoule se remplit complètement.



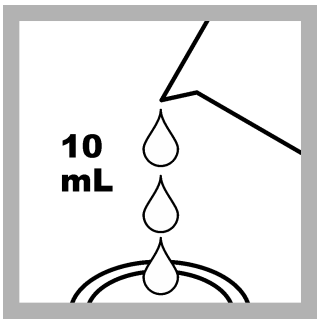
4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1 minute commence.



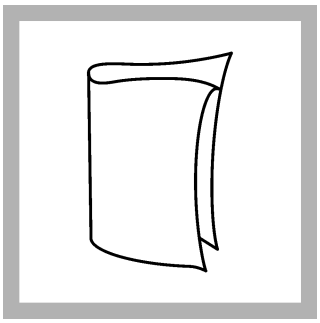
5. Retournez l'ampoule entre 48 et 52 fois pendant que la minuterie est en marche.



6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence. L'échantillon ne doit pas être agité pendant la durée de la minuterie. Une couleur ambrée se développe en présence de nitrate.

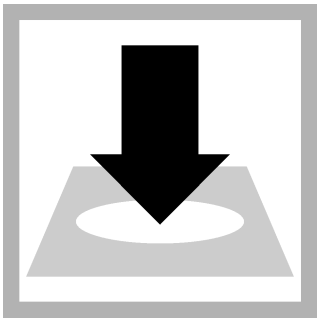


7. Préparation du blanc : à la fin de la deuxième minuterie, remplissez une cuve avec 10 ml d'échantillon.

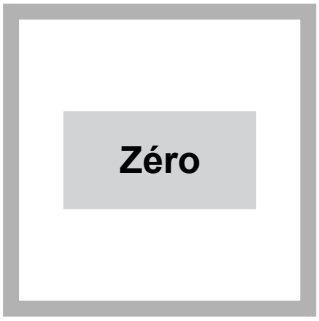


8. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

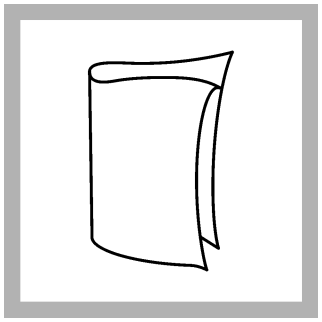
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



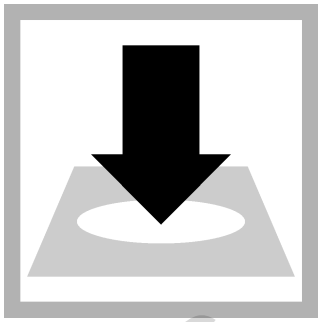
9. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l NO_3^-–N.



11. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



12. Sous 1 minute après l'expiration de la minuterie, insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_3^-–N.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Chlorure	Les concentrations de chlorure supérieures à 100 mg/l génèrent des résultats faibles. Cette analyse est pertinente pour les fortes concentrations de chlorure (eau de mer) si l'étalonnage se fait avec des étalons ayant la même concentration de chlorure que les échantillons (reportez-vous à la section Etalonnage de l'eau de mer à la page 6).
Fer ferrique	Interfère à tous les niveaux.
Nitrite	Interfère à tous les niveaux. Compensez l'interférence du nitrite de la façon suivante : **1.** Ajoutez 30 g/l d'eau de brome dans l'échantillon au compte-gouttes jusqu'à ce qu'une couleur jaune rémanente se forme. **2.** Ajoutez une goutte de solution de phénol à 30 g/l pour supprimer la couleur. **3.** Mesurez la concentration de l'échantillon traité comme décrit dans la procédure. Reportez les résultats en tant que nitrate total et nitrite.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.
Substances réductrices et fortement oxydantes	Interfèrent à tous les niveaux.

Etalonnage de l'eau de mer

Les concentrations de chlorure supérieures à 100 mg/l génèrent des résultats faibles. Pour utiliser cette méthode avec des échantillons présentant de fortes concentrations en

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

chlorure, étalonnez l'appareil avec des solutions étalon de nitrate contenant la même quantité de chlorure que les échantillons.
Préparez des étalons contenant du chlorure et du nitrate à 1,0, 3,0, 5,0 et 10,0 mg/l (en NO_3^-–N) de la façon suivante :

1. Préparez un 1 litre d'eau contenant du chlorure à la même concentration que les échantillons.
   a. Pesez la quantité applicable de chlorure de sodium de qualité ACS : (concentration de chlorure des échantillons en g/l) x (1,6485) = g de NaCl par litre.
      Remarque : *la concentration type de chlorure est de 18,8 g/l dans l'eau de mer.*
   b. Ajoutez le chlorure de sodium dans un flacon jaugé d'un litre.
   c. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez complètement. Utilisez cette eau comme eau de dilution pour préparer les solutions étalon de nitrate.
2. Utilisez une pipette pour ajouter 1,0, 3,0, 5,0 et 10,0 ml de solution étalon nitrate-azote à 100 mg/l (NO_3^-–N) dans quatre flacons jaugés de 100 ml, classe A.
3. Diluez jusqu'au repère avec l'eau contenant du chlorure que vous avez préparée. Mélangez complètement.
4. Répétez la procédure d'analyse pour chaque solution étalon et pour l'eau chlorée préparée (pour une solution étalon à 0 mg/l).
5. Mesurez l'absorbance des solutions étalon et saisissez un étalonnage utilisateur dans l'appareil.
6. Utilisez le programme utilisateur pour mesurer des échantillons contenant de fortes concentrations de chlorure.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote nitrique à 1 000 mg/l (NO_3^-–N)
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 25 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Préparez une solution étalon de azote nitrique à 250 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 25 ml d'une solution étalon d'azote nitrique à 1 000 mg/l dans un flacon jaugé de 100 ml
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
3. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
4. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon préparée, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,4, 0,8 et 1,2 ml de la solution étalon préparée à trois nouveaux échantillons de 50 ml.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote nitrique, 10,0 mg/l NO_3^-–N

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
355	10 mg/l NO_3^-–N	9,3–10,7 mg/l NO_3^-–N	0,3 mg/l à 0 ppm, 0,5 mg/l à 10 ppm, 0,8 mg/l à 30 ppm NO_3^-–N
361	10 mg/l NO_3^-–N	9,3–10,7 mg/l NO_3^-–N	0,5 mg/l à 0 ppm, 0,6 mg/l à 10 ppm, 0,8 mg/l à 30 ppm NO_3^-–N

Résumé de la méthode

Le cadmium métal réduit le nitrate de l'échantillon en nitrite. L'ion nitrite réagit dans un milieu acide avec l'acide sulfanilique pour former un sel de diazonium intermédiaire. Le sel s'associe avec l'acide gentisique et forme une solution de couleur ambrée. La longueur d'onde de mesure est de 500 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du cadmium et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour nitrate NitraVer® 5, 10 ml	1	Lot de 100	2106169
OU			
Réactif pour nitrate NitraVer® 5, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2511025

Accessoires nécessaires (sachets de poudre)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bouchon, néoprène, plein, taille n° 1	2	Lot de 12	1480801
OU			
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Accessoires nécessaires (AccuVac)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	1	50041H

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'azote nitrique, 10,0 mg/l NO_3–N	500 ml	30749
Solution étalon d'azote nitrique, 1 000 mg/l NO_3–N	500 ml	1279249
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	2088641
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Pipette, jaugée, classe A, 0,5 ml	1	1451534
Pipette, jaugée, classe A, 1,00 ml	1	1451535
Pipette, jaugée, classe A, 2 ml	1	1451536
Pipette, jaugée, classe A, 3 ml	1	1451503
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Pipette, jaugée, classe A, 25 ml	1	1451540
Pro-pipette	1	1465100
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac®	1	2405200
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Acide sulfurique, ACS	500 ml	97949
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Nitrate, gamme haute

DOC316.53.01068

Méthode à l'acide chromotropique **Méthode 10020**

0,2 à 30,0 mg/l NO_3^-–N (HR) **Tubes Test 'N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.

Le contenu des tubes doit être mélangé soigneusement pour des résultats précis. Les tubes doivent être à la verticale, bouchon vers le haut, avant d'être retournés. Retournez le tube et attendez que l'ensemble de la solution s'écoule vers le bouchon. Ramenez le tube en position verticale et attendez que l'ensemble de la solution revienne vers le bas du tube. Cette méthode de mélange correspond à un renversement.

Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
NitraVer® X[1] – kit de réactif pour nitrate, Test 'N Tube™	1
Entonnoir, micro, poly	1
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1
Portoir de tubes à essai	1

[1] NitraVer est une marque déposée de Hach Company

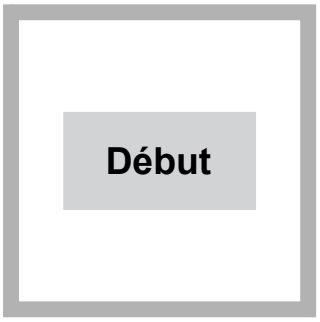
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Pour préserver les échantillons pendant un maximum de 28 jours, ajustez leur pH sur 2 ou moins avec de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre) et conservez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F). Les résultats de l'analyse incluent alors le nitrate et le nitrite.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

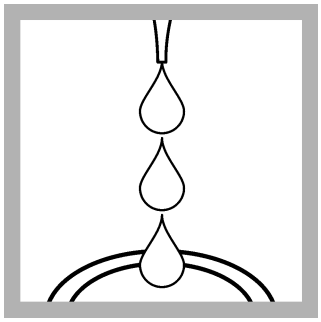
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure TNT

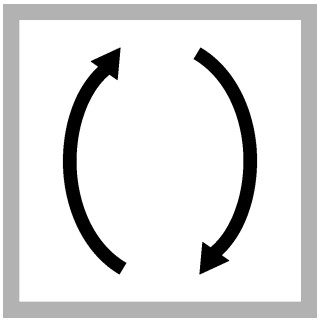


1. Lancez le programme **344 N, Nitrate HR, TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

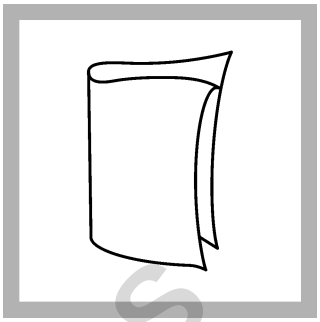
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



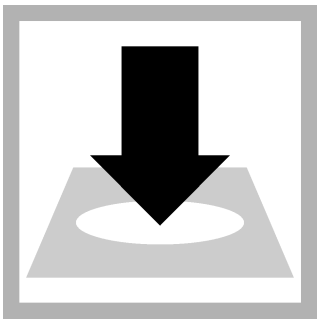
2. Préparation du blanc : à l'aide d'une pipette, ajoutez 1,00 ml d'échantillon dans un tube Test 'N Tube de réactif B NitraVer X.



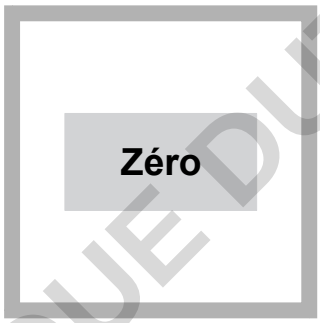
3. Fermez le tube. Retournez le tube 10 fois pour en mélanger le contenu.



4. Nettoyez le tube de blanc.



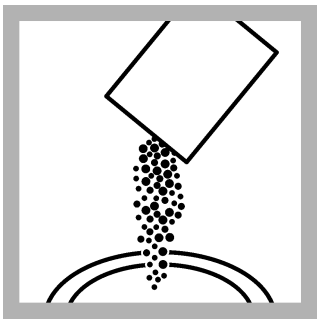
5. Insérez le tube dans le porte-cuve.



6. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l NO_3^-–N.

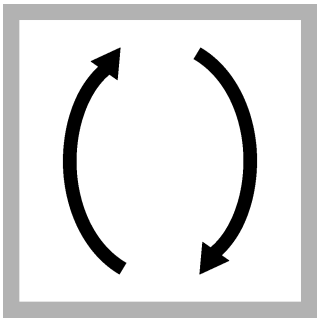


7. Enlevez le tube TNT du porte-cuve.



8. Préparation de l'échantillon : utilisez un entonnoir pour ajouter le contenu d'un sachet de poudre de réactif B NitraVer X dans le tube.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

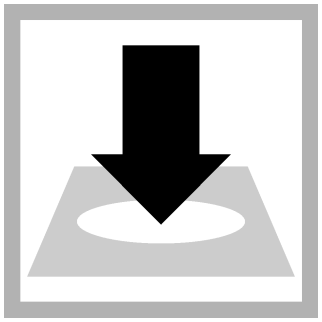


9. Fermez le tube. Retournez le tube 10 fois pour en mélanger le contenu.
Certaines particules solides ne se dissolvent pas.



10. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.

N'inversez pas le tube à nouveau. Une couleur jaune se développe en présence de nitrate.



11. Dans les 5 minutes après la fin de la minuterie, nettoyez le tube. Insérez le tube dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_3^-–N.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Baryum	Interférence négative à plus de 1 mg/l.
Chlorure	N'interfère pas en dessous de 1 000 mg/l.
Cuivre	Interférence positive à tous les niveaux.
Nitrite	Interférence positive à des concentrations au-dessus de 12 mg/l. Pour éliminer l'interférence du nitrite jusqu'à 100 mg/l, ajoutez 400 mg (une cuillère de mesure rase de 0,5 g) d'urée à 10 ml d'échantillon. Faites tourner l'échantillon pour dissoudre son contenu. Poursuivez l'analyse du nitrate de la façon habituelle.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote nitrique à 500 mg/l, ampoule Voluette®
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange de 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote nitrique à 10,0 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
344	10,0 mg/l NO_3^-–N	9,5–10,5 mg/l NO_3^-–N	0,2 mg/l NO_3^-–N

Résumé de la méthode

Le nitrate de l'échantillon réagit avec l'acide chromotropique dans un milieu très acide pour former un produit jaune. La longueur d'onde de mesure est de 410 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
NitraVer® X[1] – kit de réactif pour nitrate, Test 'N Tube™	—	50 analyses	2605345

[1] NitraVer est une marque déposée de Hach Company

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'azote nitrique, 10,0 mg/l NO_3–N	500 ml	30749
Solution étalon d'azote nitrique, ampoule Voluette®, 500 mg/l NO_3–N	Lot de 16	1426010
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et appareils en option

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Cuillère, mesure, 0,5 g	1	90700
Acide sulfurique, ACS	500 ml	97949
Urée, qualité ACS	100 g	1123726

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Nitrite

DOC316.53.01074

USEPA - Méthode Diazotisation [1]

Méthode 8507

0,002 à 0,300 mg/l NO_2^-–N (gamme basse, spectrophotomètres)

Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®

0,005 à 0,350 mg/l NO_2^-–N (gamme basse, colorimètres)

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Méthode agréée par l'USEPA pour l'analyse des eaux résiduaires, Federal Register, 44(85), 25505 (1er mai 1979).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

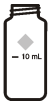
Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
NitriVer® 3, 10 ml	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Ampoules AccuVac® de réactif NitriVer® 3	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

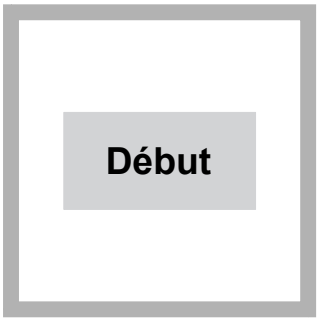
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

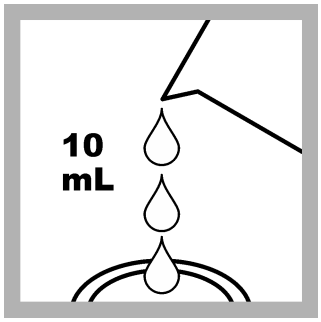
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

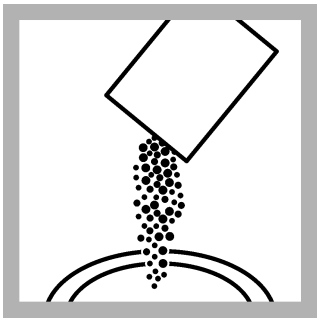


1. Lancez le programme **371 N, Nitrite LR PP**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

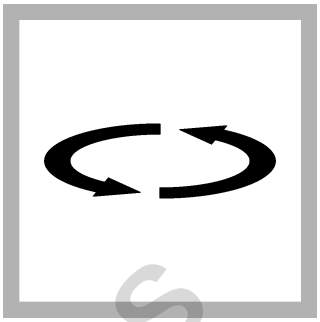
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



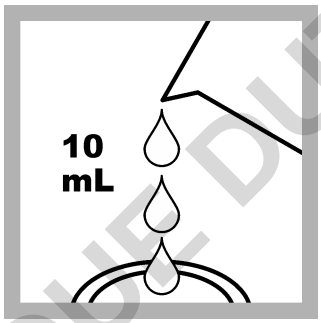
3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif NitriVer 3.



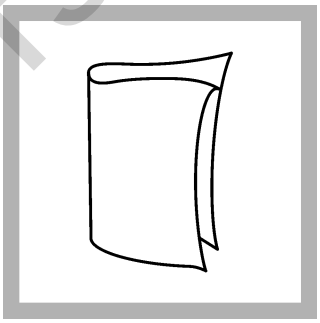
4. Faites tourner pour mélanger.
Une couleur rose se développe en présence de nitrite dans l'échantillon.



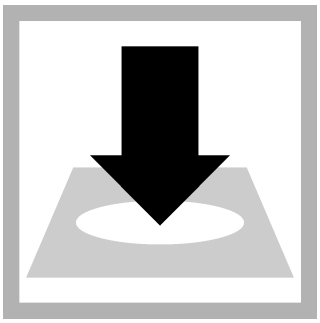
5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 20 minutes commence.



6. Préparation du blanc : à la fin de la minuterie, remplissez une deuxième cuve avec 10 ml d'échantillon.



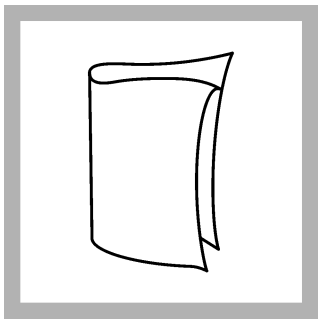
7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



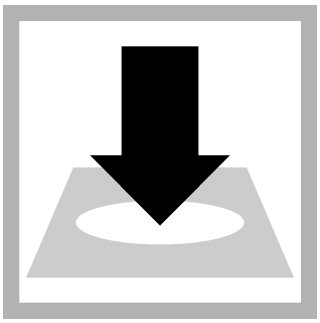
8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 mg/l NO_2^-–N.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



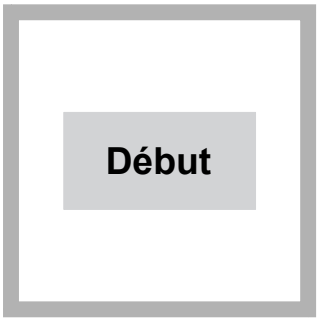
11. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_2^-–N.

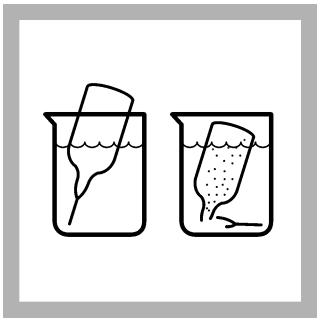
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec ampoule AccuVac

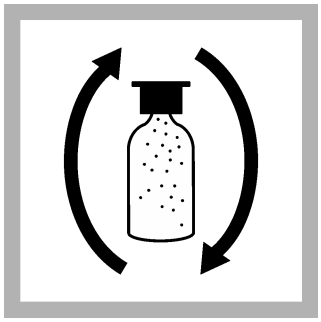


1. Lancez le programme **375 N, Nitrite LR AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



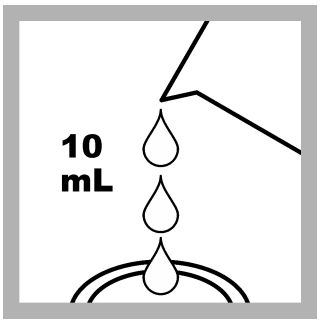
2. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



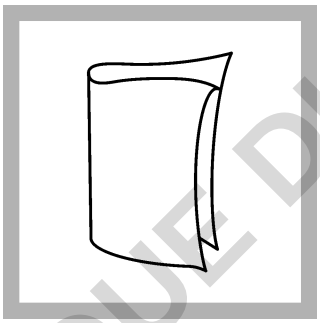
3. Retournez rapidement et plusieurs fois l'ampoule AccuVac pour mélanger son contenu.
Une couleur rose se développe en présence de nitrite dans l'échantillon.



4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 20 minutes commence.



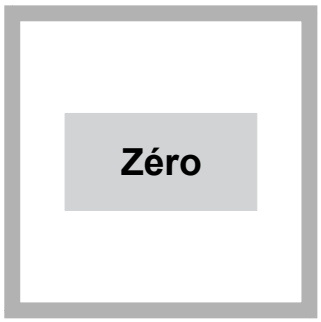
5. Préparation du blanc : à la fin de la minuterie, remplissez une cuve avec 10 ml d'échantillon.



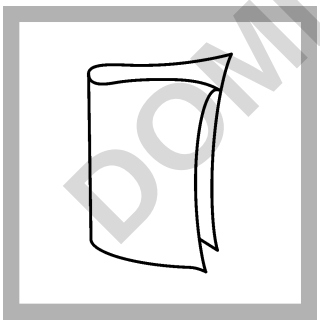
6. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



7. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



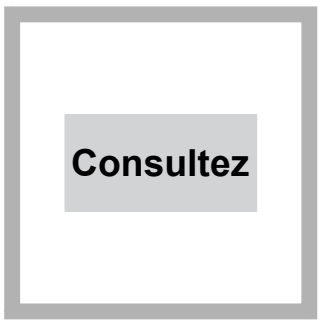
8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 mg/l NO_2^-–N.



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_2^-–N.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Ions antimonieux	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions auriques	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions de bismuth	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions de chloroplatine	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions cupriques	Génèrent des résultats faibles.
Ions ferriques	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions ferreux	Génèrent des résultats faibles.
Ions de plomb	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions de mercure	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions de métavanadate	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Nitrate	Des niveaux très élevés de nitrate (> 100 mg/l de nitrate en N) semblent subir une légère réduction par l'action du nitrite, soit spontanément, soit pendant l'analyse. Une petite quantité de nitrite subsiste à ces niveaux.
Ions d'argent	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Substances réductrices et fortement oxydantes	Interfèrent à tous les niveaux.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de NO_2^-–N à 0,150 mg/l (les solutions étalon de nitrite sont difficiles à préparer. Appliquez les instructions de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires), Méthode 4500—NO_2-B)

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
371	0,150 mg/l NO_2^-–N	0,147–0,153 mg/l NO_2^-–N	0,002 mg/l NO_2^-–N
375	0,150 mg/l NO_2^-–N	0,147–0,153 mg/l NO_2^-–N	0,002 mg/l NO_2^-–N

Résumé de la méthode

Le nitrite de l'échantillon réagit avec l'acide sulfanilique et forme un sel de diazonium intermédiaire. Ce sel se combine avec l'acide chromotropique pour produire un complexe

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

rosâtre dont l'intensité de la couleur est directement proportionnelle à la quantité de nitrite présente. La longueur d'onde de mesure est de 507 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour nitrite NitriVer® 3, 10 ml	1	Lot de 100	2107169
OU			
Réactif pour nitrite NitriVer® 3, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2512025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	1	50041H

Accessoires, réactifs et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Ampoules AccuVac® pour blancs d'échantillon	Lot de 25	2677925
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac®	1	2405200
Système de vidange AccuVac®	1	4103600
Manuel des méthodes de référence, version la plus à jour	1	2270800
Nitrite de sodium, ACS	454 g	245201
Eau désionisée	4 l	27256

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Nitrite

DOC316.53.01073

Méthode Diazotisation **Méthode 10019**

0,003 à 0,500 mg/l NO_2^-–N (gamme basse) **Tubes Test 'N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

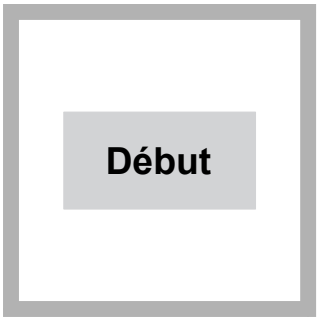
Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Kit de réactif pour nitrite Test 'N Tube™ NitriVer® 3	1
Pipette, TenSette® 1,0 à 10,0 ml avec embouts	varie

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 4 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

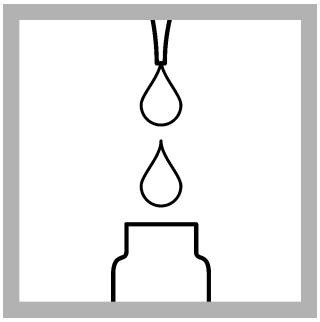
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Procédure Test 'N Tube

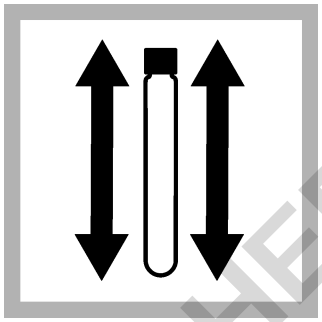


1. Lancez le programme **345 N, Nitrite LR TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



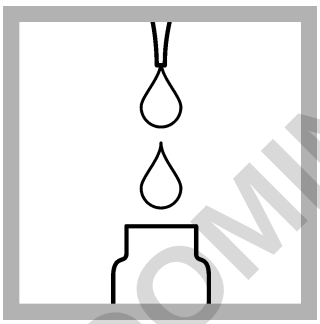
2. Préparation de l'échantillon : remplissez un tube Test 'N Tube NitriVer 3 pour le nitrite avec 5 ml d'échantillon.



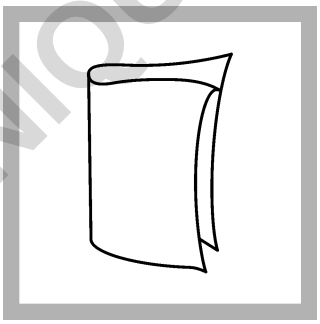
3. Bouchez le tube. Agitez pour dissoudre la poudre. Une couleur rose se développe en présence d'azote nitrique dans l'échantillon.



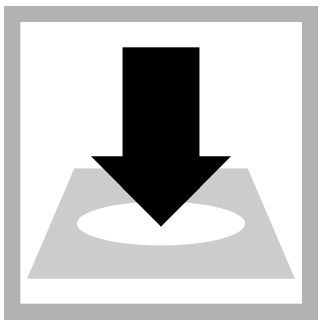
4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 20 minutes commence.



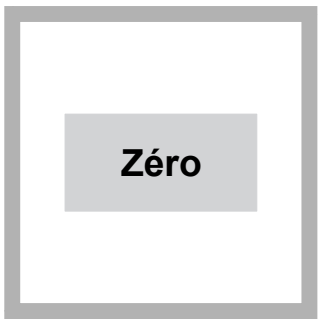
5. Préparation du blanc : à la fin de la minuterie, remplissez et videz un tube Test 'N Tube avec 5 ml d'échantillon.



6. Nettoyez le tube de blanc.

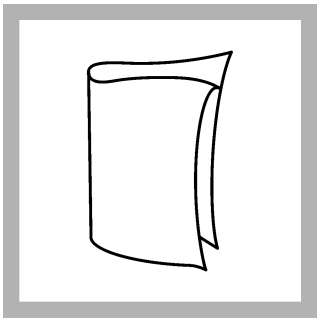


7. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.

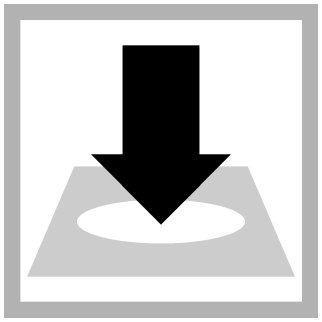


8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 mg/l NO_2^-–N.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Nettoyez le tube d'échantillon.



10. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_2^-–N.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Ions antimonieux	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions auriques	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions de bismuth	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions de chloroplatine	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions cupriques	Génèrent des résultats faibles.
Ions ferriques	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions ferreux	Génèrent des résultats faibles.
Ions de plomb	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions de mercure	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Ions de métavanadate	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Nitrate	Des niveaux très élevés de nitrate (> 100 mg/l de nitrate en N) semblent subir une légère réduction par l'action du nitrite, soit spontanément, soit pendant l'analyse. Une petite quantité de nitrite subsiste à ces niveaux.
Ions d'argent	Interfèrent en provoquant une précipitation.
Substances réductrices et fortement oxydantes	Interfèrent à tous les niveaux.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de NO_2^-–N à 0,300 mg/l (les solutions étalon de nitrite sont difficiles à préparer. Appliquez les instructions de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires), Méthode 4500—NO_2-B)

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
345	0,300 mg/l NO_2^-–N	0,294–0,306 mg/l NO_2^-–N	0,003 mg/l NO_2^-–N

Résumé de la méthode

Le nitrite de l'échantillon réagit avec l'acide sulfanilique et forme un sel de diazonium intermédiaire. Ce sel se combine avec l'acide chromotropique pour produire un complexe rosâtre dont l'intensité de la couleur est directement proportionnelle à la quantité de nitrite présente. La longueur d'onde de mesure est de 507 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour nitrite NitriVer® 3, Test 'N Tube™	1	Lot de 50	2608345

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796

Accessoires, réactifs et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Manuel des méthodes de référence, version la plus à jour	1	2270800
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Nitrite de sodium, ACS	454 g	245201
Eau désionisée	4 l	27256

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Nitrite

DOC316.53.01075

Méthode Sulfate ferreux[1] **Méthode 8153**

2 à 250 mg/l NO_2^- (spectrophotomètres) **Sachets de poudre**

2 à 150 mg/l NO_2^- (colorimètres)

Cadre d'application: Pour les systèmes de refroidissement.

[1] Adaptée à partir de la documentation McAlpine, R. and Soule, B., Qualitative Chemical Analysis, New York, 476, 575 (1933).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

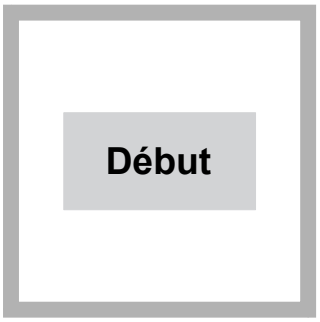
Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif pour nitrite NitriVer® 2, 10 ml	1
Eau désionisée	varie
Bouchon, néoprène, plein n° 1	2
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 4 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

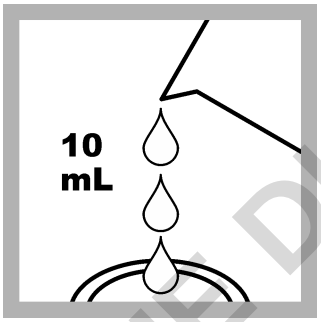
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Procédure avec sachet de poudre



1. Lancez le programme **373 N, Nitrite HR PP**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

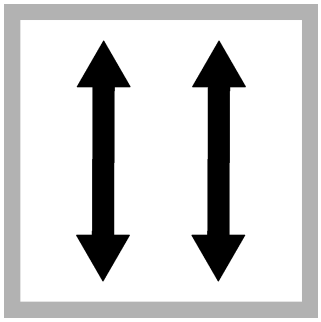
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif au nitrite NitriVer 2. Une couleur brune-verdâtre se développe en présence de nitrite dans l'échantillon.



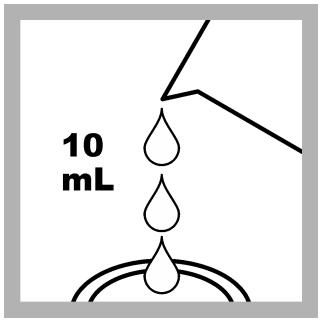
4. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez-la pour dissoudre le réactif.

DOC MINIQUE DUTSCHER SAS

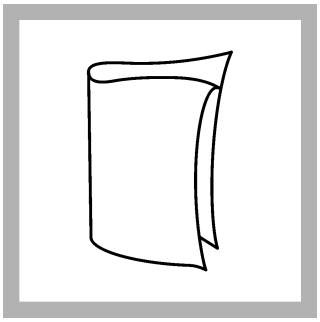


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 10 minutes commence.

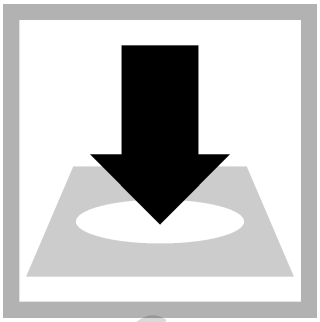
Afin d'éviter des résultats faibles, posez la cuve d'échantillon sur une surface plane. **Ne déplacez ou ne bougez pas la cuve d'échantillon pendant la période de réaction.**



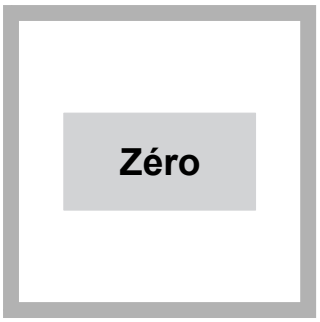
6. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



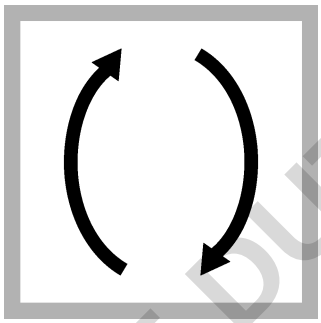
7. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



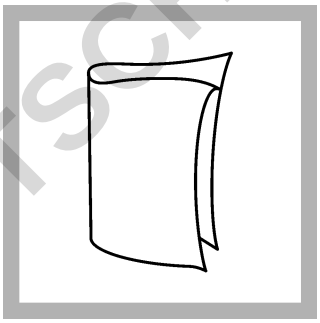
8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



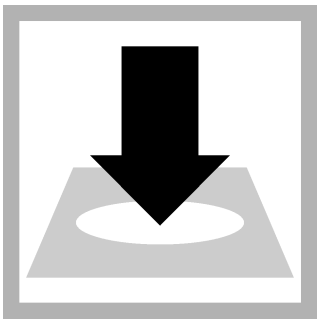
9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l NO_2^-.



10. A la fin de la minuterie, retournez doucement l'échantillon préparé deux fois de suite. Un mélange excessif entraîne des résultats faibles.



11. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



12. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NO_2^-.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Cette analyse ne mesure pas les nitrates et ne s'applique pas non plus aux échantillons à base de glycol. Diluez les échantillons à base de glycol et appliquez une procédure au nitrate gamme basse (par exemple, la méthode par diazotation).

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de NO_2^-–N à 200 mg/l (les solutions étalon de nitrite sont difficiles à préparer. Appliquez les instructions de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires), Méthode 4500—NO_2-B)

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
373	200 mg/l NO_2^-	191–209 mg/l NO_2^-	1,4 mg/l NO_2^-

Résumé de la méthode

Cette méthode utilise du sulfate ferreux dans un milieu acide afin de réduire le nitrite en oxyde nitreux. Les ions ferreux se combinent avec l'oxyde nitreux et forment un complexe brun-verdâtre dont l'intensité est directement proportionnelle à la quantité de nitrite présente. La longueur d'onde de mesure est de 585 nm pour les spectrophotomètres ou de 560 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
NitriVer® 2[1] – sachet de poudre de réactif pour nitrite, 10 ml	1	Lot de 100	2107569

[1] NitriVer est une marque déposée de Hach Company.

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bouchon, néoprène, plein, taille n° 1	2	Lot de 12	1480801

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Manuel des méthodes de référence, version la plus à jour	1	2270800

Réactifs et accessoires en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Eau désionisée	4 l	27256
Nitrite de sodium, ACS	454 g	245201

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Azote ammoniacal

DOC316.53.01077

Méthode au salicylate[1]

Méthode 8155

0,01 à 0,50 mg/L NH_3–N

Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir de la documentation Clin. Chim. Acta., 14, 403 (1966).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du nitroferricyanure de sodium. **Maintenez les solutions de cyanure à un pH > 11 pour éviter tout risque d'exposition au gaz de cyanure d'hydrogène.** Collectez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.
Assurez-vous que les échantillons restent scellés hermétiquement afin d'empêcher la contamination à l'ammoniac provenant de l'air.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

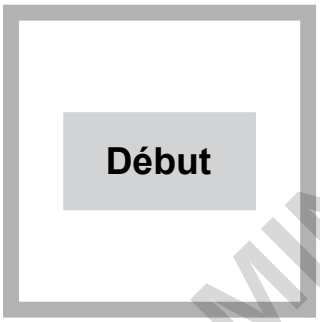
Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif cyanurate pour l'ammoniac, 10 ml	2
Sachet de poudre de réactif salicylate pour l'ammoniac, 10 ml	2
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

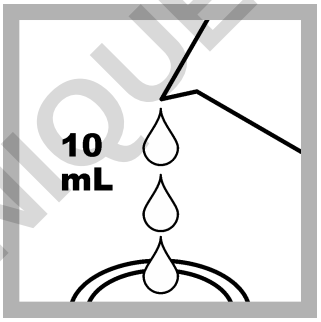
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Si la présence de chlore est connue, ajoutez une goutte de thiosulfate de sodium 0,1 N pour éliminer chaque 0,3 mg/l de chlore pour un échantillon d'un litre.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure avec sachet de poudre

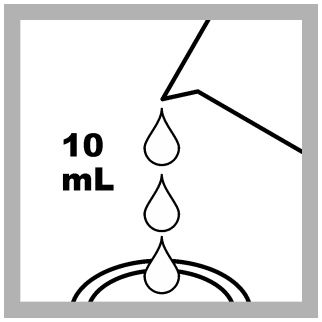


1. Lancez le programme **385 N, Ammonia, Salic**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

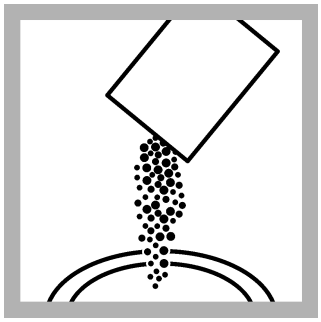
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'eau désionisée.

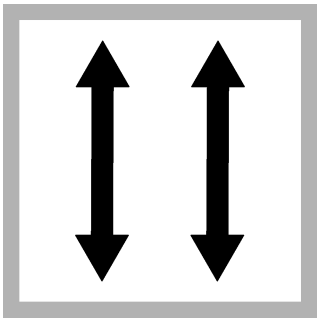


3. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



4. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre pour salicylate d'ammoniaque dans chaque cuve d'échantillon.

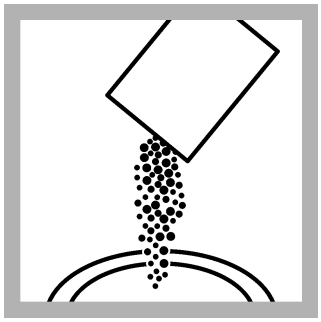
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



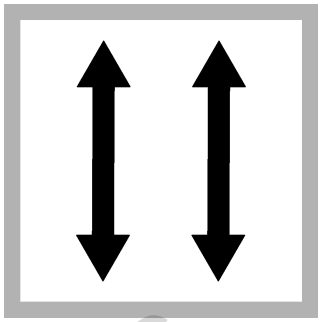
5. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez-la pour dissoudre le réactif.



6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



7. A la fin de la minuterie, ajoutez le contenu de un sachet de poudre pour cyanurate d'ammoniaque dans chaque cuve d'échantillon.

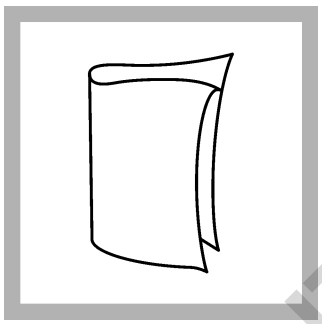


8. Bouchez la cuve d'échantillon. Agitez-la pour dissoudre le réactif.

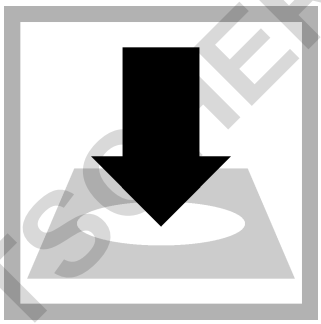


9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 15 minutes commence.

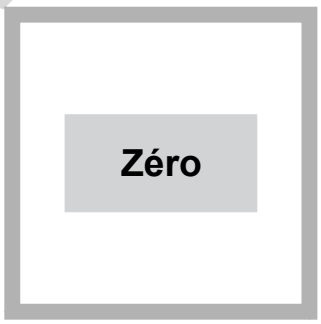
Une couleur verte se forme en présence d'azote ammoniacal.



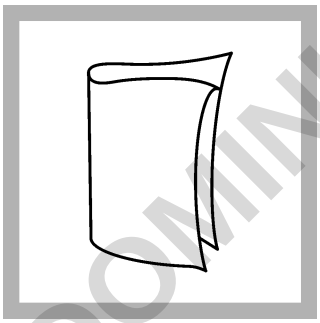
10. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



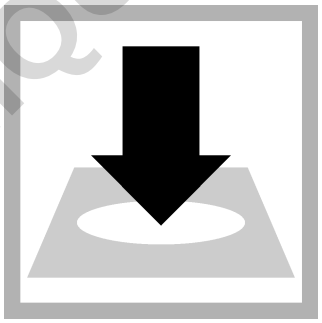
11. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



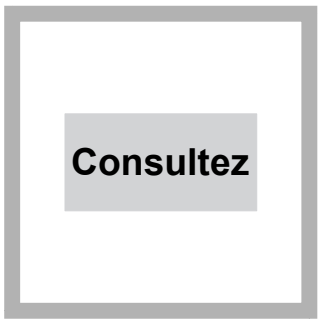
12. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l NH_3–N.



13. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



14. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



15. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NH_3–N.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Calcium	1 000 mg/l en $CaCO_3$
Fer	Tous les niveaux. Corrigez en fonction des interférences du fer, comme suit : **1.** Utilisez l'une des procédures relatives au fer total pour mesurer la concentration de fer dans l'échantillon. **2.** Utilisez une solution étalon de fer afin d'ajouter du fer dans le blanc d'eau désionisée, afin que le blanc affiche la même concentration de fer que l'échantillon. Le point zéro d'interférence du fer est défini à partir des résultats de l'analyse.
Magnésium	6 000 mg/l en CaCO3
Monochloramine	La monochloramine qui se trouve dans l'eau potable traitée à la chloramine interfère directement à tous les niveaux et donne des résultats élevés. Utilisez une méthode à l'ammoniaque libre et à la monochloramine pour déterminer l'ammoniaque libre dans ces matrices d'échantillon.
Nitrate	100 mg/l en NO_3^-–N
Nitrite	12 mg/l en NO_2^-–N
pH	Ajustez les échantillons acides ou de base aux environs du pH 7. Utilisez une solution étalon d'hydroxyde de sodium 1 N pour les échantillons acides et une solution étalon d'acide chlorhydrique 1 N pour les échantillons de base.
Phosphate	100 mg/l en PO_4^{3-}–P
Sulfate	300 mg/l en SO_4^{2-}
Sulfure	Le sulfure donne de l'intensité à la couleur. Eliminez l'interférence du sulfure de la manière suivante : **1.** Mesurez environ 350 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 500 ml. **2.** Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif d'inhibiteur de sulfure. Faites tourner pour mélanger. **3.** Filtrez l'échantillon à travers un filtre papier plié et un entonnoir de filtration. **4.** Utilisez l'échantillon filtré au cours de la procédure d'analyse.
Autres substances	Les interférences moins communes, telles que l'hydrazine et la glycine, intensifient les couleurs dans l'échantillon préparé. La turbidité et la couleur donnent des valeurs incorrectes élevées. Les échantillons avec de fortes interférences nécessitent une distillation. Appliquez la procédure de distillation fournie avec le système de distillation.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal, 10 mg/l en NH_3–N
- Eprouvettes de mélange de 25 ml (3)
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,2, 0,4 et 0,6 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal, 10 mg/l en NH_3–N
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 4 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de azote ammoniacal à 0,40 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 4 ml d'azote ammoniacal à 10 mg/l dans le flacon jaugé. *(Autre préparation : pipettez 0,8 ml de solution étalon d'azote ammoniacal à 50 mg/l dans un flacon jaugé de 100 ml.)*
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
385	0,40 mg/l NH_3–N	0,38–0,42 mg/l NH_3–N	0,004 mg/l NH_3–N

Résumé de la méthode

Les composés d'ammoniaque se combinent avec le chlore pour former de la monochloramine. La monochloramine réagit avec le salicylate pour former l'acide 5-aminosalicylate. L'acide 5-aminosalicylate s'oxyde en présence d'un catalyseur au nitroprussiate de sodium pour former un composé de couleur bleue. La couleur bleue est masquée par la couleur jaune provenant des excès de réactif, ce qui donne une solution de couleur verte au final. La longueur d'onde de mesure est de 655 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Le réactif pour salicylate d'ammoniaque contient du nitroferricyanure de sodium et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour azote ammoniacal, 10 ml, inclut :	—	100 analyses	2668000
Sachet de poudre de réactif cyanurate pour ammoniac, 10 ml	2	Lot de 100	2653199
Sachet de poudre de réactif salicylate pour ammoniac, 10 ml	2	Lot de 100	2653299

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Solution étalon d'azote ammoniacal, 10 mg/l NH_3–N	500 ml	15349
Solution étalon d'azote ammoniacal, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l NH_3–N	Lot de 16	1479110
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Pipette, jaugée, classe A, 4,00 ml	1	1451504
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	Lot de 6	173106
Mélange d'étalon pour effluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, COT	500 ml	2833249
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 115 V c.a.	1	2274400
Appareil de distillation, usage général	1	2265300
Erlenmeyer, 500 ml	1	50549
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 230 V c.a.	1	2274402
Filtre, papier, plié, 2–3 microns, plissé, 12,5 cm	Lot de 100	189457
Pipette, sérologique, 2 ml	1	53236
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Sachets de poudre de réactif d'inhibiteur de sulfure	Lot de 100	241899
Acide sulfurique, concentré, ACS	500 ml	97949

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Azote ammoniacal

DOC316.53.01080

Méthode au salicylate[1]

Méthode 10023

0,02 à 2,50 mg/l NH_3–N (LR)

Tubes Test ‘N Tube™

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir de la documentation Clin. Chim. Acta, 14, 403 (1966).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.

Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du nitroferricyanure de sodium. **Maintenez les solutions de cyanure à un pH > 11 pour éviter tout risque d'exposition au gaz de cyanure d'hydrogène.** Collectez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.

Assurez-vous que les échantillons restent scellés hermétiquement afin d'empêcher la contamination à l'ammoniac provenant de l'air.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

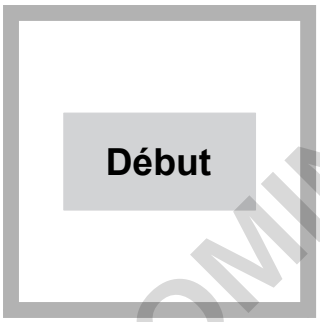
Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Azote ammoniacal, kit de réactif, gamme basse Test 'N Tube™ AmVer™	2
Entonnoir, micro, poly	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

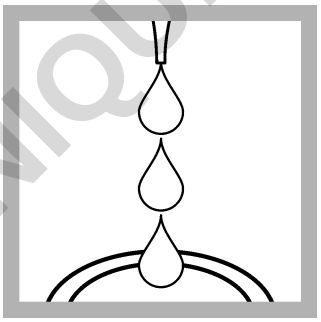
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Si la présence de chlore est connue, ajoutez une goutte de thiosulfate de sodium 0,1 N pour éliminer chaque 0,3 mg/l de chlore pour un échantillon d'un litre.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'l'acide chlorhydrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure Test 'N Tube

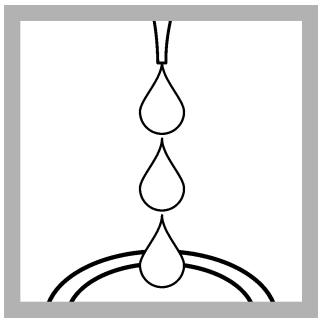


1. Lancez le programme **342, Ammonia LR TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

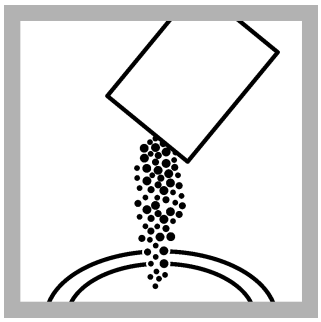
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : ajoutez 2,0 ml d'eau sans ammoniaque à du réactif diluant AmVer™ dans un tube Test 'N Tube pour azote ammoniacal gamme basse.

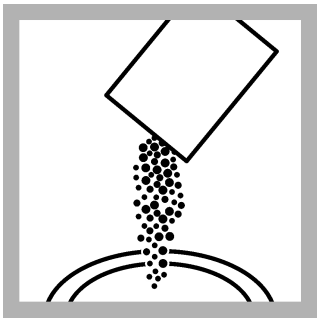


3. Préparation de l'échantillon : ajoutez 2,0 ml d'échantillon à du réactif diluant AmVer™ dans un tube Test 'N Tube pour azote ammoniacal gamme basse.

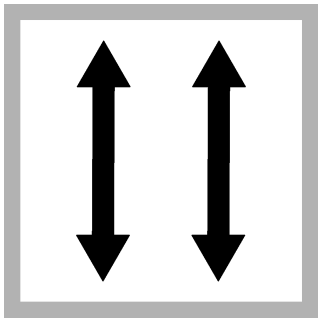


4. Utilisez un entonnoir pour ajouter le contenu d'un sachet de poudre de réactif salicylate pour ammoniac dans chaque tube.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



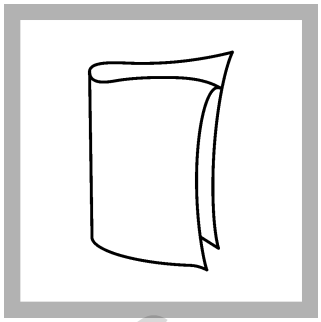
5. Utilisez un entonnoir pour ajouter le contenu d'un sachet de poudre de réactif cyanurate pour ammoniac dans chaque tube.



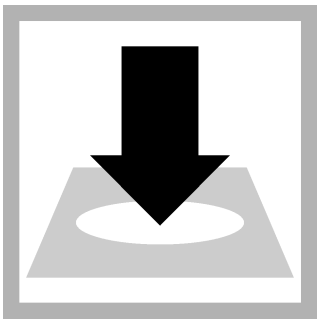
6. Fermez les tubes hermétiquement. Agitez jusqu'à dissolution complète de la poudre.



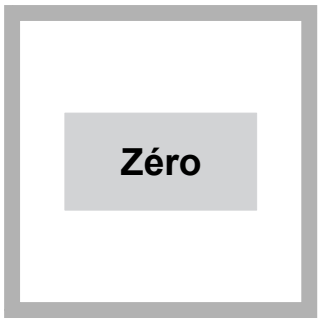
7. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 20 minutes commence.



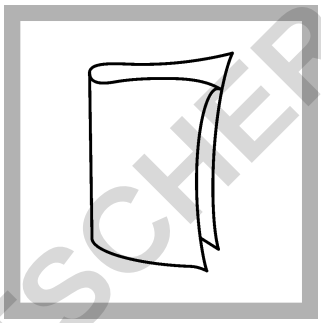
8. A la fin de la minuterie, nettoyez le tube de blanc.



9. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l NH_3–N.



11. Nettoyez le tube d'échantillon.



12. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NH_3–N.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Calcium	2 5001 000 mg/l en $CaCO_3$
Fer	Tous les niveaux. Corrigez en fonction des interférences du fer, comme suit : **1.** Utilisez l'une des procédures relatives au fer total pour mesurer la concentration de fer dans l'échantillon. **2.** Utilisez une solution étalon de fer afin d'ajouter du fer dans le blanc d'eau désionisée, afin que le blanc affiche la même concentration de fer que l'échantillon. Le point zéro d'interférence du fer est défini à partir des résultats de l'analyse.
Magnésium	15 0006 000 mg/l en CaCO3

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Monochloramine	La monochloramine qui se trouve dans l'eau potable traitée à la chloramine interfère directement à tous les niveaux et donne des résultats élevés. Utilisez une méthode à l'ammoniaque libre et à la monochloramine pour déterminer l'ammoniaque libre dans ces matrices d'échantillon.
Nitrate	250 mg/l en NO_3^-–N
Nitrite	30 mg/l en NO_2^-–N
pH	Ajustez les échantillons acides ou de base aux environs du pH 7. Utilisez une solution étalon d'hydroxyde de sodium 1 N pour les échantillons acides et une solution étalon d'acide chlorhydrique 1 N pour les échantillons de base.
Phosphate	250 mg/l en PO_4^{3-}–P
Sulfate	300 mg/l en SO_4^{2-}
Sulfure	Le sulfure donne de l'intensité à la couleur. Eliminez l'interférence du sulfure de la manière suivante : **1.** Mesurez environ 350 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 500 ml. **2.** Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif d'inhibiteur de sulfure. Faites tourner pour mélanger. **3.** Filtrez l'échantillon à travers un filtre papier plié et un entonnoir de filtration. **4.** Utilisez l'échantillon filtré au cours de la procédure d'analyse.
Autres substances	Les interférences moins communes, telles que l'hydrazine et la glycine, intensifient les couleurs dans l'échantillon préparé. La turbidité et la couleur donnent des valeurs incorrectes élevées. Les échantillons avec de fortes interférences nécessitent une distillation. Appliquez la procédure de distillation fournie avec le système de distillation.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal à 50 mg/l, ampoule Voluette® de 10 ml
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange de 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal à 1,0 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
342	1,00 mg/l NH_3–N	0,90–1,10 mg/l NH_3–N	0,014 mg/l NH_3–N

Résumé de la méthode

Les composés d'ammoniaque se combinent avec le chlore pour former de la monochloramine. La monochloramine réagit avec le salicylate pour former l'acide 5-aminosalicylate. L'acide 5-aminosalicylate s'oxyde en présence d'un catalyseur au nitroprussiate de sodium pour former un composé de couleur bleue. La couleur bleue est masquée par la couleur jaune provenant des excès de réactif, ce qui donne une solution de couleur verte. La longueur d'onde de mesure est de 655 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Le réactif pour salicylate d'ammoniaque contient du nitroferricyanure de sodium et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Azote ammoniacal, kit de réactif, gamme basse Test 'N Tube™ AmVer™	2	25 analyses	2604545

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'azote ammoniacal, 1,0 mg/l NH_3–N	500 ml	189149
Solution étalon d'azote ammoniacal, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l NH_3–N	Lot de 16	1479110
Mélange d'étalon pour effluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, COT	500 ml	2833249
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Appareil de distillation, usage général	1	2265300
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Filtre, papier, plié, 2–3 microns, plissé, 12,5 cm	Lot de 100	189457
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 115 V c.a.	1	2274400
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 230 V c.a.	1	2274402
Pipette, sérologique, 2 ml	1	50549
Pro-pipette	1	1465100
Solution étalon d'acide chlorhydrique, 1 N	1 000 ml	2321353
Acide chlorhydrique, concentré	500 ml	13449
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Sachets de poudre de réactif d'inhibiteur de sulfure	Lot de 100	241899

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Azote ammoniacal

DOC316.53.01079

Méthode au salicylate

Méthode 10031

0,4 à 50,0 mg/l NH_3–N (HR)

Tubes Test ‘N Tube™

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.

Les petits échantillons (0,1 ml par exemple) peuvent ne pas être représentatifs de l'ensemble de l'échantillon. Mélangez bien l'échantillon avant l'analyse ou utilisez une autre portion de l'échantillon pour refaire l'analyse.

Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du nitroferricyanure de sodium. **Maintenez les solutions de cyanure à un pH > 11 pour éviter tout risque d'exposition au gaz de cyanure d'hydrogène.** Collectez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.

Assurez-vous que les échantillons restent scellés hermétiquement afin d'empêcher la contamination à l'ammoniac provenant de l'air.

Afin d'éviter la contamination croisée du blanc par voie atmosphérique, terminez sa préparation avant l'ouverture des échantillons et des étalons. Si les récipients de l'échantillon ou de l'étalon sont ouverts, préparez le blanc à un autre emplacement dans le laboratoire.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

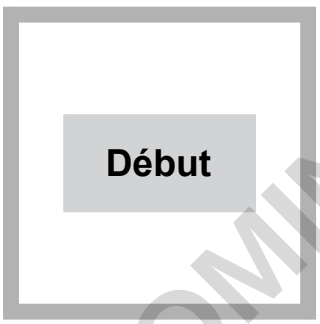
Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Kit de réactif pour azote ammoniacal Test 'N Tube™ AmVer® 3, gamme haute	2
Entonnoir, micro (pour l'addition de réactif)	1
Pipette, TenSette® 0,1 à 1,0 ml, avec embouts	varie

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

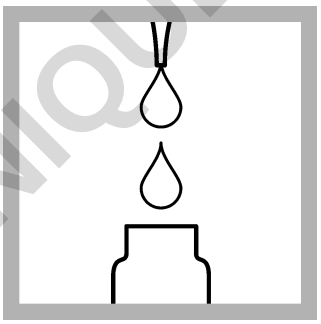
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si la présence de chlore est connue, ajoutez une goutte de thiosulfate de sodium 0,1 N pour éliminer chaque 0,3 mg/l de Cl_2 pour un échantillon d'un litre.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'l'acide chlorhydrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure Test 'N Tube

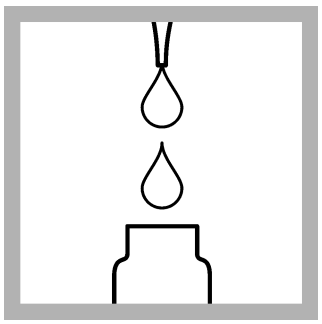


1. Lancez le programme **343 N, Ammonia HR TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

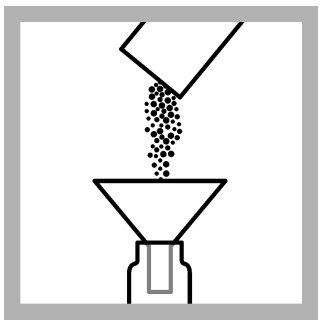
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : ajoutez 0,1 ml d'**eau sans ammoniaque** à du réactif diluant AmVer™ dans un tube Test 'N Tube pour azote ammoniacal gamme haute.

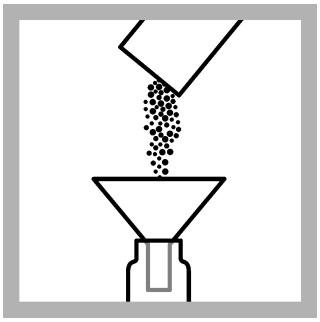


3. Préparation de l'échantillon : ajoutez 0,1 ml d'**échantillon** à du réactif diluant AmVer™ dans un tube Test 'N Tube pour azote ammoniacal gamme haute.

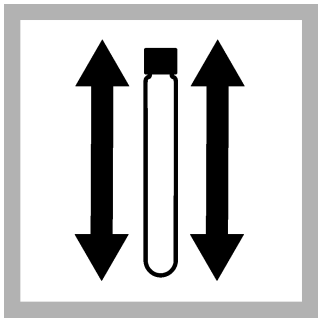


4. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif salicylate d'ammoniaque, pour les échantillons de 5 ml, dans chaque tube.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



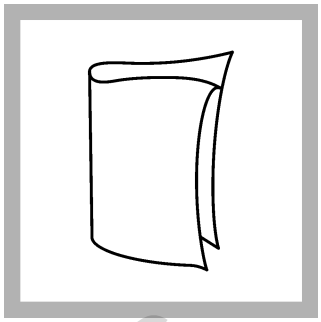
5. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif cyanurate pour ammoniac dans chaque tube.



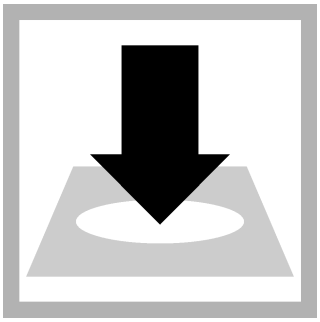
6. Bouchez les deux tubes. Agitez jusqu'à dissolution complète de la poudre.



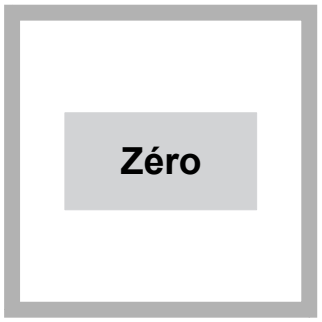
7. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 20 minutes commence.



8. Nettoyez le tube de blanc.



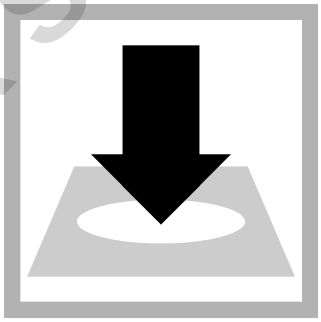
9. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l NH_3–N.



11. Nettoyez le tube d'échantillon.



12. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l NH_3–N.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Calcium	50 0001 000 mg/l en $CaCO_3$
Fer	Tous les niveaux. Corrigez en fonction des interférences du fer, comme suit : **1.** Utilisez l'une des procédures relatives au fer total pour mesurer la concentration de fer dans l'échantillon. **2.** Utilisez une solution étalon de fer afin d'ajouter du fer dans le blanc d'eau désionisée, afin que le blanc affiche la même concentration de fer que l'échantillon. Le point zéro d'interférence du fer est défini à partir des résultats de l'analyse.
Magnésium	300 0006 000 mg/l en CaCO3

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Monochloramine	La monochloramine qui se trouve dans l'eau potable traitée à la chloramine interfère directement à tous les niveaux et donne des résultats élevés. Utilisez une méthode à l'ammoniaque libre et à la monochloramine pour déterminer l'ammoniaque libre dans ces matrices d'échantillon.
Nitrate	5 000 mg/l en NO_3^-–N
Nitrite	600 mg/l en NO_2^-–N
pH	Ajustez les échantillons acides ou de base aux environs du pH 7. Utilisez une solution étalon d'hydroxyde de sodium 1 N pour les échantillons acides et une solution étalon d'acide chlorhydrique 1 N pour les échantillons de base.
Phosphate	5 000 mg/l en PO_4^{3-}–P
Sulfate	6 000 mg/l en SO_4^{2-}
Sulfure	Le sulfure donne de l'intensité à la couleur. Eliminez l'interférence du sulfure de la manière suivante : **1.** Mesurez environ 350 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 500 ml. **2.** Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif d'inhibiteur de sulfure. Faites tourner pour mélanger. **3.** Filtrez l'échantillon à travers un filtre papier plié et un entonnoir de filtration. **4.** Utilisez l'échantillon filtré au cours de la procédure d'analyse.
Autres substances	Les interférences moins communes, telles que l'hydrazine et la glycine, intensifient les couleurs dans l'échantillon préparé. La turbidité et la couleur donnent des valeurs incorrectes élevées. Les échantillons avec de fortes interférences nécessitent une distillation. Appliquez la procédure de distillation fournie avec le système de distillation.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Azote ammoniacal, ampoule de solution étalon, 150 mg/l NH_3–N
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange de 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,2, 0,4 et 0,6 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le*

DOMINIQUE OUTSCHER SAS

menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- solution étalon d'azote ammoniacal à 100 mg/l
- Flacon jaugé de 50 ml, classe A
- Pipette jaugée de 20 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de azote ammoniacal à 40,0 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 20,0 ml d'azote ammoniacal à 100 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
343	40,00 mg/l NH_3–N	38,1–41,9 mg/l NH_3–N	0,312 mg/l NH_3–N

Résumé de la méthode

Les composés d'ammoniaque se combinent avec le chlore pour former de la monochloramine. La monochloramine réagit avec le salicylate pour former l'acide 5-aminosalicylate. L'acide 5-aminosalicylate s'oxyde en présence d'un catalyseur au nitroprussiate de sodium pour former un composé de couleur bleue. La couleur bleue est masquée par la couleur jaune provenant des excès de réactif, ce qui donne une solution de couleur verte. La longueur d'onde de mesure est de 655 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Le réactif pour salicylate d'ammoniaque contient du nitroferricyanure de sodium et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Azote ammoniacal, kit de réactif, gamme haute Test 'N Tube™ AmVer™	2	25 analyses	2606945

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Azote, solution étalon d'ammoniaque, 10 mg/l NH_3–N	500 ml	15349
Azote, solution étalon d'ammoniaque, 100 mg/l NH_3–N	500 ml	2406549
Azote, solution étalon d'ammoniaque, ampoules Voluette® de 10 ml, 150 mg/l	Lot de 16	2128410
Solution étalon d'azote ammoniacal, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l NH_3–N	Lot de 16	1479110
Mélange d'étalon pour effluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, COT	500 ml	2833249
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Appareil de distillation, usage général	1	2265300
Filtre, papier, plié, 3–5 microns, 12,5 cm	Lot de 100	69257
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 115 V c.a.	1	2274400
Appareil de distillation, élément chauffant et support, 230 V c.a.	1	2274402
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Pipette, sérologique, 2 ml	1	50549
Pro-pipette	1	1465100
Acide chlorhydrique, concentré	500 ml	13449
Solution étalon d'acide chlorhydrique, 1 N	1 000 ml	2321353
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,0 N	100 ml CGG	104532
Sachets de poudre de réactif d'inhibiteur de sulfure	Lot de 100	241899
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Thiosulfate de sodium, 0,1 N	100 ml	32332

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

HACH®
FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Azote, total

DOC316.53.01086

Méthode Minéralisation au persulfate **Méthode 10071**

0,5 à 25,0 mg/l N (gamme basse) **Tubes Test ‘N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
La minéralisation est requise pour les déterminations d'azote total.
Le contenu des tubes doit être mélangé soigneusement pour des résultats précis. Les tubes doivent être à la verticale, bouchon vers le haut, avant d'être retournés. Retournez le tube et attendez que l'ensemble de la solution s'écoule vers le bouchon. Ramenez le tube en position verticale et attendez que l'ensemble de la solution revienne vers le bas du tube. Cette méthode de mélange correspond à un renversement.
Si le résultat de l'analyse est hors de la gamme, diluez une nouvelle portion d'échantillon et recommencez l'ensemble de la procédure d'analyse. La minéralisation doit être répétée pour obtenir des résultats précis.
Utilisez l'eau désionisée qui est fournie avec le kit de réactif ou de l'eau sans composés organiques pour le tube de blanc et pour la préparation des solutions étalon.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

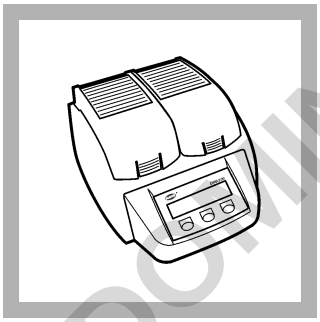
Description	Quantité
Kit de réactif pour azote total Test 'N Tube, gamme basse	1
Réacteur DRB200	1
Protège-doigts	2
Entonnoir, micro	1
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml, avec embouts de pipette	1
Portoir de tubes à essai	1 à 3

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

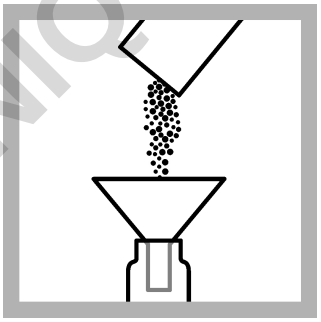
Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

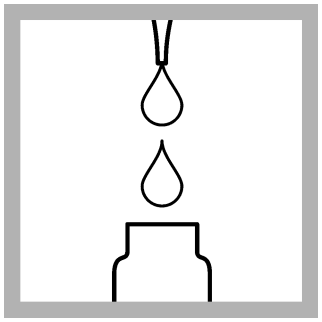
Minéralisation au persulfate pour Test 'N Tubes



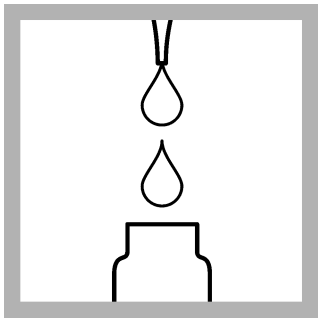
1. Mettez en marche le réacteur DRB200. Réglez la température sur 105 °C.



2. Avec un entonnoir, ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif persulfate pour azote total dans chacun des deux tubes de réactif de minéralisation hydroxyde pour azote total. Essuyez toute trace de réactif qui peut venir au contact du bec ou du filetage du tube.

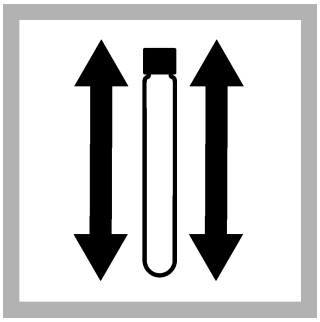


3. Préparation de l'échantillon : ajoutez 2 ml d'échantillon dans l'un des tubes.

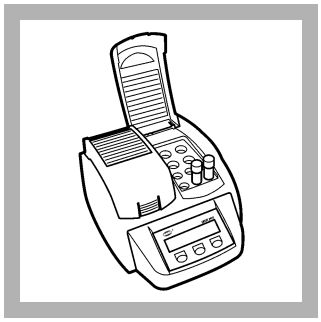


4. Préparation du blanc : ajoutez 2 ml d'eau désionisée (incluse dans le kit) dans le deuxième tube. Utilisez uniquement de l'eau sans aucune forme azotée comme substitut pour l'eau désionisée fournie.

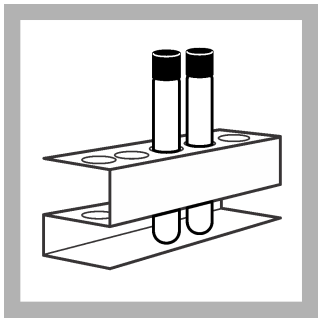
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



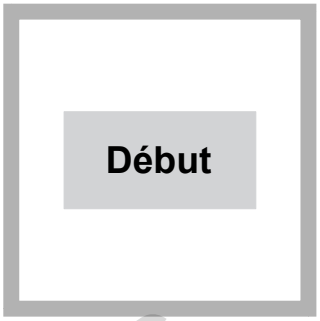
5. Bouchez les deux tubes. Agitez vigoureusement pendant au moins 30 secondes pour mélanger. La poudre non dissoute n'affecte pas l'exactitude de l'analyse.



6. Placez les tubes dans le réacteur et fermez le couvercle. Laissez les tubes dans le réacteur pendant exactement 30 minutes.

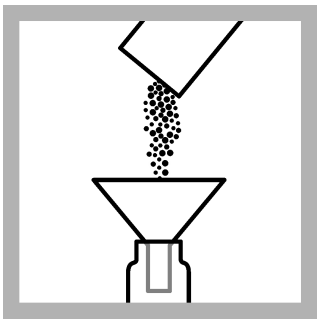


7. Au bout de 30 minutes, utilisez des protège-doigts pour enlever immédiatement les tubes du réacteur. Laissez les tubes refroidir à température ambiante.

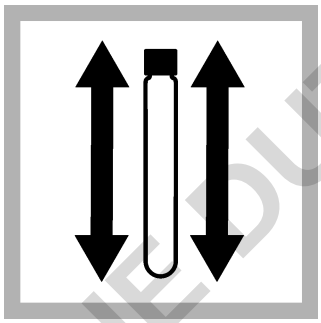


8. Lancez le programme **350 N, Total LR TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



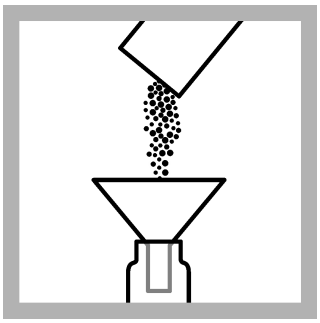
9. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre pour azote total (AT) dans chaque tube.



10. Bouchez les deux tubes. Agitez pendant 15 secondes.

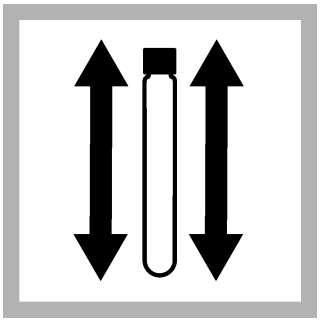


11. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



12. A la fin de la minuterie, débouchez les tubes. Ajoutez un sachet de poudre de réactif B pour azote total dans chaque tube.

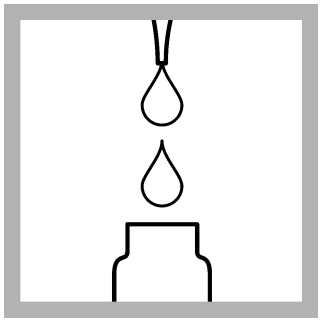
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



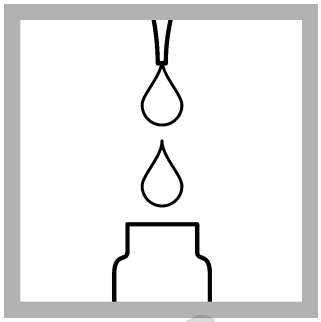
13. Bouchez les deux tubes. Agitez-les pendant 15 secondes pour mélanger. Le réactif ne se dissout pas complètement. La poudre non dissoute n'affecte pas l'exactitude de l'analyse. La solution commence à virer au jaune.



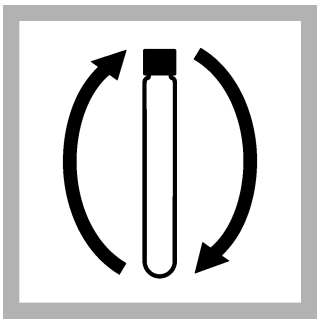
14. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.



15. Échantillon préparé : à la fin de la minuterie, utilisez une pipette pour verser 2 ml d'**échantillon** minéralisé, traité et préparé dans un tube de réactif C pour azote total.



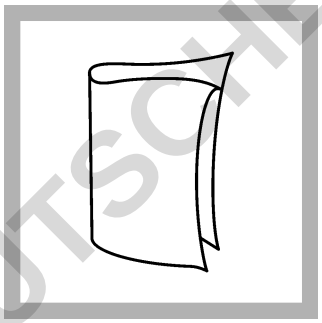
16. Blanc : à la fin de la minuterie, utilisez une pipette pour verser 2 ml de **blanc** minéralisé et traité dans le deuxième tube de réactif C pour azote total.



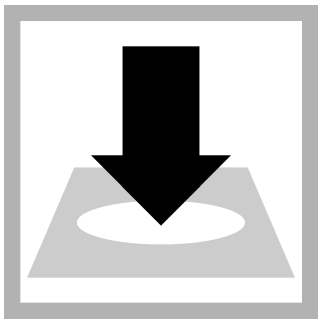
17. Bouchez les deux tubes. Retournez 10 fois pour mélanger. Effectuez des retournements lents et délibérés pour une reprise complète. Les tubes vont chauffer.



18. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence. La couleur jaune s'intensifie.



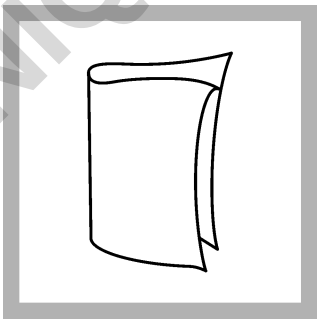
19. A la fin de la minuterie, nettoyez le tube de blanc.



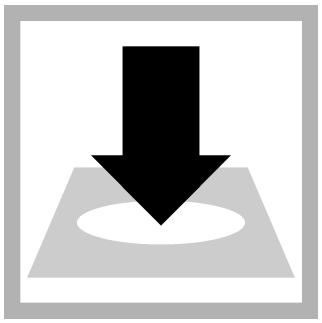
20. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.



21. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l N. Les échantillons multiples peuvent être mesurés une fois le « zéro » défini avec le blanc.



22. Nettoyez le tube d'échantillon.



23. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



24. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l N.

Blancs pour la mesure colorimétrique

Le blanc de réactif peut être utilisé pendant un maximum de 7 jours pour les mesures qui utilisent le même lot de réactifs. Conservez le blanc de réactif à l'abri de la lumière et à

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

température ambiante (18 à 25 °C). Si un petit floc blanc apparaît avant sept jours, éliminez le blanc de réactif et préparez-en un nouveau.

Interférences

Les substances énumérées dans le Tableau 2 ont été analysées et elles n'interfèrent pas jusqu'aux niveaux indiqués (en mg/l). Les substances interférentes qui ont entraîné un changement de concentration de ±10 % apparaissent dans le Tableau 3.

Tableau 2 Substances non interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Baryum	2,6 mg/l
Calcium	300 mg/l
Chrome ($^{3+}$)	0,5 mg/l
Fer	2 mg/l
Plomb	6,6 µg/l
Magnésium	500 mg/l
Carbone organique	150 mg/l
Phosphore	100 mg/l
Silice	150 mg/l
Argent	0,9 mg/l
Etain	1,5 mg/l

Tableau 3 Substances interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Bromure	> 60 mg/l ; interférence positive
Chlorure	> 1 000 mg/l ; interférence positive

Cette analyse a été effectuée avec des solutions étalon d'azote préparées à partir des composés suivants et a obtenu un taux de reprise de 95 % :

- Chlorure d'ammonium
- Sulfate d'ammonium
- Acétate d'ammonium
- Glycine
- Urée

Les ajouts de chlorure d'ammonium ou de p-toluène sulfonate d'acide (PTSA) nicotinique dans des eaux résiduaires domestiques brutes et épurées et dans le substitut d'eau résiduaire spécifié par l'ASTM (D 5905-96) ont également donné une reprise de ≥ 95 %.

Les grandes quantités de composés organiques sans azote dans certains échantillons peuvent réduire l'efficacité de la minéralisation en consommant une partie du réactif persulfate. Les échantillons connus comme ayant des taux élevés de composants organiques doivent être dilués et analysés à nouveau pour vérifier l'efficacité de la minéralisation.

Vérification de l'exactitude

Méthode par minéralisation

Pour vérifier l'exactitude, utilisez des étalons primaires pour l'azote Kjeldahl. Cette méthode donne généralement un taux de reprise de 95 à 100 % pour les étalons d'azote organique. Des analystes ont démontré que le p-toluène sulfonate d'ammoniaque est le plus difficile à minéraliser. D'autres composés peuvent donner des taux de reprise différents.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Eléments à préparer :

- Etalon primaire pour l'azote Kjeldahl (p-toluène sulfonate d'ammoniaque, p-toluène sulfonate de glycine ou p-toluène sulfonate nicotinique)
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Eau désionisée (utilisez l'eau désionisée fournie avec le kit de réactif ou de l'eau ne contenant aucune forme organique ou azotée)

1. Préparez un étalon équivalent à 25 mg/l N.
   a. Pesez l'étalon voulu :
      - P-toluène sulfonate (PTSA) d'ammoniaque : 0,3379 g
      - P-toluène sulfonate de glycine : 0,4416 g
      - P-toluène sulfonate nicotinique : 0,5274 g
   b. Utilisez un entonnoir pour ajouter l'étalon dans le flacon jaugé.
   c. Ajoutez de l'eau désionisée dans le flacon et agitez-le pour dissoudre l'étalon.
   d. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien.
2. Analysez la concentration de l'étalon d'azote comme décrit dans la procédure. Calculez le pourcentage de reprise de la façon suivante :

   % reprise = [(concentration mesurée)/25] x 100

   Remarque : *le pourcentage de reprise minimal attendu pour chaque étalon est de 95 %.*

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal, 1 000 mg/l en NH_3–N
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange de 50 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 50 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal à 10 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
350	10 mg/l NH_3–N	9,6–10,4 mg/l N	0,5 mg/l N

Résumé de la méthode

La minéralisation acide au persulfate convertit toutes les formes d'azote en nitrate. Du métabisulfite de sodium est ajouté après la minéralisation afin d'éliminer les interférences de l'oxyde d'halogène. Le nitrate réagit ensuite avec l'acide chromotropique dans un milieu très acide pour former un complexe jaune. La longueur d'onde de mesure est de 410 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Azote, total, gamme basse, kit de réactif Test 'N Tube™		50 tubes	2672245

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
OU			
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100
Protections des doigts	2	Lot de 2	1464702

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Azote, solution étalon d'ammoniaque, 1 000 mg/l NH_3–N	1 l	2354153
Solution étalon d'azote ammoniacal, 10 mg/l NH_3–N	500 ml	15349
Kit étalon d'azote Kjeldahl primaire	Lot de 3	2277800

Etalons recommandés (suite)

Description	Unité	Réf.
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149
Eau désionisée	500 ml	27249
Eau, sans composés organiques	500 ml	2641549

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	2088641
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Acide sulfurique, ACS	500 ml	97949
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Solution étalon d'azote ammoniacal, 1,0 mg/l NH_3–N	500 ml	189149
Azote, solution étalon d'ammoniaque, 100 mg/l NH_3–N	500 ml	2406549
Azote, solution étalon d'ammoniaque, ampoule PourRite de 2 ml, 50 mg/l	Lot de 20	1479120
Azote, solution étalon d'ammoniaque, ampoules Voluette de 10 ml, 50 mg/l	Lot de 16	1479110
Azote, solution étalon d'ammoniaque, ampoules Voluette® de 10 ml, 150 mg/l	Lot de 16	2128410
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Azote, total

DOC316.53.01085

Méthode Minéralisation au persulfate **Méthode 10072**

2 à 150 mg/l N (gamme haute) **Tubes Test ‘N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.

La minéralisation est requise pour les déterminations d'azote total.

Le contenu des tubes doit être mélangé soigneusement pour des résultats précis. Les tubes doivent être à la verticale, bouchon vers le haut, avant d'être retournés. Retournez le tube et attendez que l'ensemble de la solution s'écoule vers le bouchon. Ramenez le tube en position verticale et attendez que l'ensemble de la solution revienne vers le bas du tube. Cette méthode de mélange correspond à un renversement.

Si le résultat de l'analyse est hors de la gamme, diluez une nouvelle portion d'échantillon et recommencez l'ensemble de la procédure d'analyse. La minéralisation doit être répétée pour obtenir des résultats précis.

Utilisez l'eau désionisée qui est fournie avec le kit de réactif ou de l'eau sans composés organiques pour le tube de blanc et pour la préparation des solutions étalon.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Kit de réactif pour azote total Test 'N Tube, gamme haute	1
Réacteur DRB200	1
Protège-doigts	2
Entonnoir, micro	1
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml, avec embouts de pipette	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Portoir de tubes à essai	1

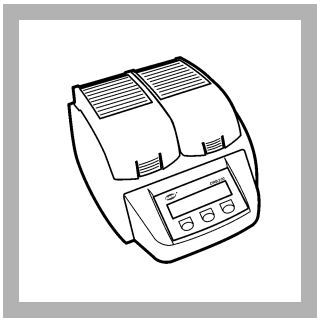
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

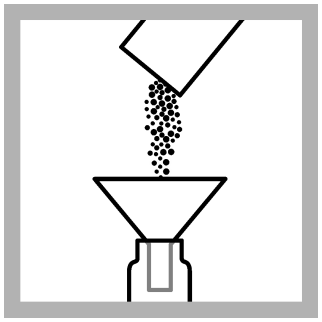
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

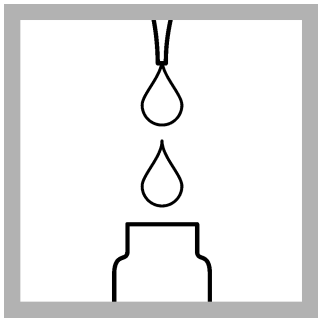
Minéralisation au persulfate pour Test 'N Tubes



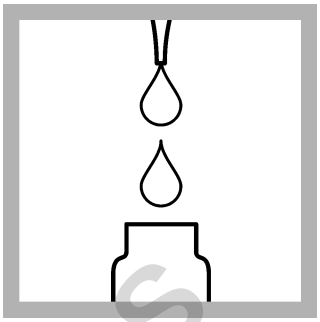
1. Mettez en marche le réacteur DRB200. Réglez la température sur 105 °C.



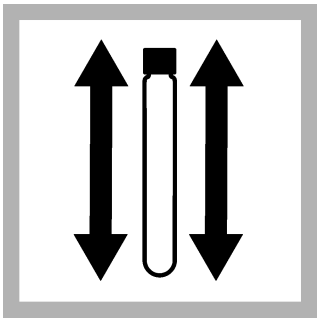
2. Avec un entonnoir, ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif persulfate pour azote total dans chacun des deux tubes de réactif de minéralisation hydroxyde pour azote total gamme haute.
Essuyez toute trace de réactif qui peut venir au contact du bec ou du filetage du tube.



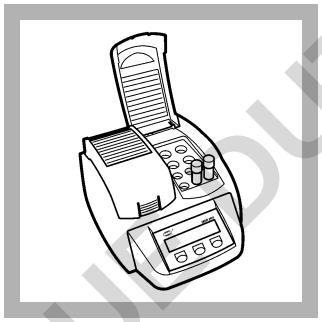
3. Préparation de l'échantillon : ajoutez 0,5 ml d'échantillon dans l'un des tubes.



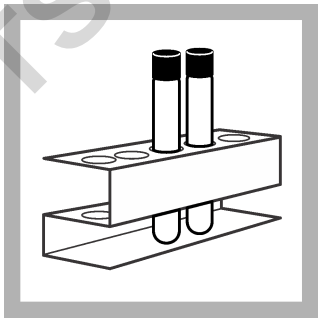
4. Préparation du blanc : ajoutez 0,5 ml d'eau désionisée (incluse dans le kit) dans le deuxième tube. Utilisez uniquement de l'eau sans aucune forme azotée comme substitut pour l'eau désionisée fournie.



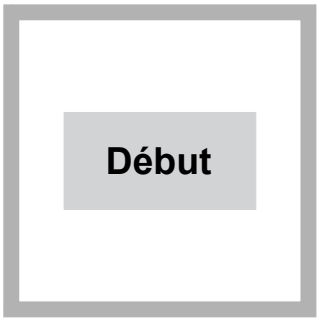
5. Bouchez les deux tubes. Agitez vigoureusement pendant au moins 30 secondes pour mélanger. La poudre non dissoute n'affecte pas l'exactitude de l'analyse.



6. Placez les tubes dans le réacteur et fermez le couvercle. Laissez les tubes dans le réacteur pendant exactement 30 minutes.



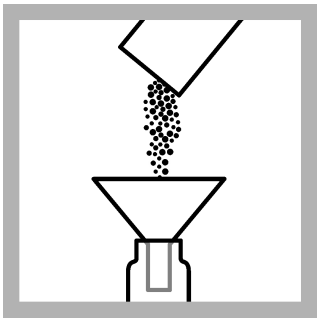
7. Au bout de 30 minutes, utilisez des protège-doigts pour enlever immédiatement les tubes du réacteur. Laissez les tubes refroidir à température ambiante.



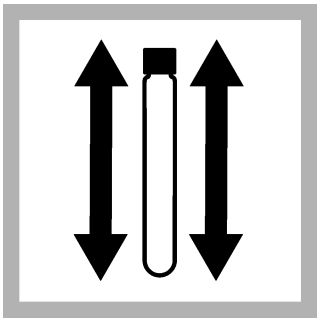
8. Lancez le programme **394 N, Total HR TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



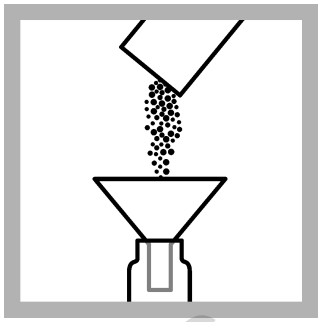
9. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre pour azote total (AT) dans chaque tube.



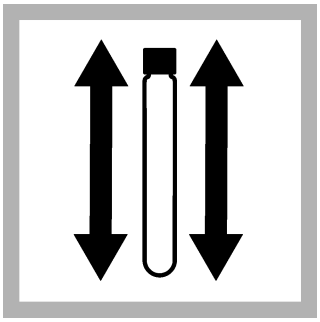
10. Bouchez les deux tubes. Agitez pendant 30 secondes.



11. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.



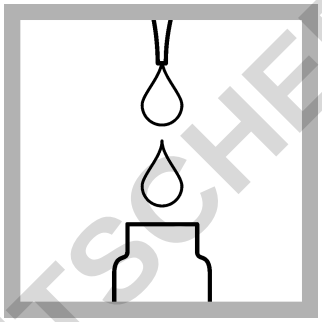
12. A la fin de la minuterie, débouchez les tubes. Ajoutez un sachet de poudre de réactif B pour azote total dans chaque tube.



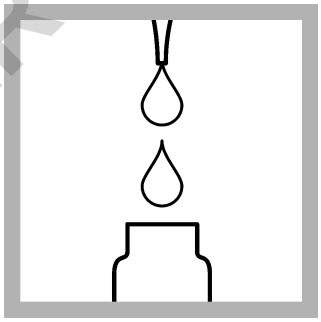
13. Bouchez les deux tubes. Agitez-les vigoureusement pendant 15 secondes pour mélanger. Le réactif ne se dissout pas complètement. La poudre non dissoute n'affecte pas l'exactitude de l'analyse. La solution commence à virer au jaune.



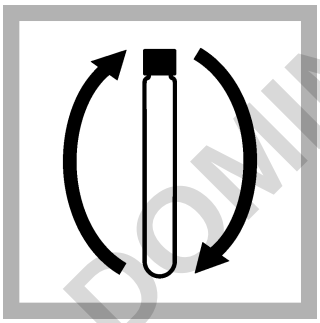
14. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.



15. Échantillon préparé : à la fin de la minuterie, utilisez une pipette pour verser 2 ml d'**échantillon** minéralisé, traité et préparé dans un tube de réactif C pour azote total.



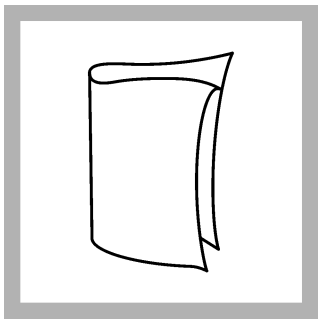
16. Blanc : à la fin de la minuterie, utilisez une pipette pour verser 2 ml de **blanc** minéralisé et traité dans le deuxième tube de réactif C pour azote total.



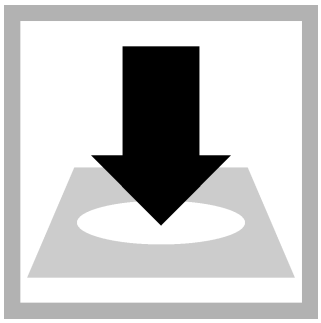
17. Bouchez les deux tubes. Retournez 10 fois pour mélanger. Effectuez des retournements lents et délibérés pour une reprise complète. Les tubes vont chauffer.



18. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes. commence. La couleur jaune s'intensifie.

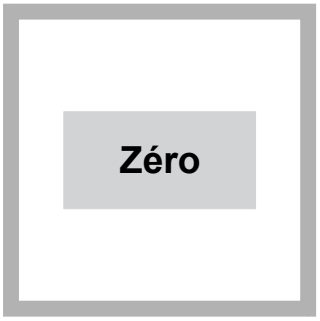


19. A la fin de la minuterie, nettoyez le tube de blanc.

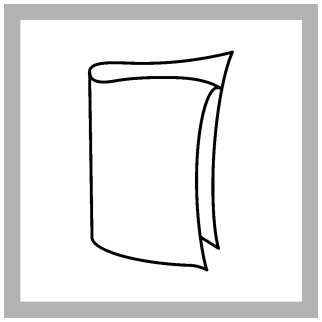


20. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.

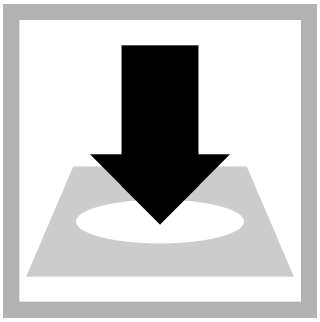
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



21. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l N.



22. Nettoyez le tube d'échantillon.



23. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



24. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l N.

Blancs pour la mesure colorimétrique

Le blanc de réactif peut être utilisé pendant un maximum de 7 jours pour les mesures qui utilisent le même lot de réactifs. Conservez le blanc de réactif à l'abri de la lumière et à température ambiante (18 à 25 °C). Si un petit floc blanc apparaît avant sept jours, éliminez le blanc de réactif et préparez-en un nouveau.

Interférences

Les substances énumérées dans le Tableau 2 ont été analysées et elles n'interfèrent pas jusqu'aux niveaux indiqués (en mg/l). Les substances interférentes qui ont entraîné un changement de concentration de ±10 % apparaissent dans le Tableau 3.

Tableau 2 Substances non interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Baryum	10,4 mg/l
Calcium	1 200 mg/l
Chrome ($^{3+}$)	2 mg/l
Fer	8 mg/l
Plomb	26,4 µg/l
Magnésium	2 000 mg/l
Carbone organique	600 mg/l
Phosphore	400 mg/l
Silice	600 mg/l
Argent	3,6 mg/l
Etain	6 mg/l

Tableau 3 Substances interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Bromure	> 240 mg/l ; interférence positive
Chlorure	> 3 000 mg/l ; interférence positive

Cette analyse a été effectuée avec des solutions étalon d'azote préparées à partir des composés suivants et a obtenu un taux de reprise de 95 % :

- Chlorure d'ammonium
- Sulfate d'ammonium
- Acétate d'ammonium
- Glycine

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

- Urée

Les ajouts de chlorure d'ammonium ou de p-toluène sulfonate d'acide (PTSA) nicotinique dans des eaux résiduaires domestiques brutes et épurées et dans le substitut d'eau résiduaire spécifié par l'ASTM (D 5905-96) ont également donné une reprise de ≥ 95 %.

Les grandes quantités de composés organiques sans azote dans certains échantillons peuvent réduire l'efficacité de la minéralisation en consommant une partie du réactif persulfate. Les échantillons connus comme ayant des taux élevés de composants organiques doivent être dilués et analysés à nouveau pour vérifier l'efficacité de la minéralisation.

Vérification de l'exactitude

Méthode par minéralisation

Pour vérifier l'exactitude, utilisez des étalons primaires pour l'azote Kjeldahl. Cette méthode donne généralement un taux de reprise de 95 à 100 % pour les étalons d'azote organique. Des analystes ont démontré que le p-toluène sulfonate d'ammoniaque est le plus difficile à minéraliser. D'autres composés peuvent donner des taux de reprise différents.

Eléments à préparer :

- Etalon primaire pour l'azote Kjeldahl (p-toluène sulfonate d'ammoniaque, p-toluène sulfonate de glycine ou p-toluène sulfonate nicotinique)
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Eau désionisée (utilisez l'eau désionisée fournie avec le kit de réactif ou de l'eau ne contenant aucune forme organique ou azotée)

1. Préparez un étalon équivalent à 120 mg/l N.
   a. Pesez l'étalon voulu :
      - P-toluène sulfonate (PTSA) d'ammoniaque : 1,6208 g
      - P-toluène sulfonate de glycine : 2,1179 g
      - P-toluène sulfonate nicotinique : 2,5295 g
   b. Utilisez un entonnoir pour ajouter l'étalon dans le flacon jaugé.
   c. Ajoutez de l'eau désionisée dans le flacon et agitez-le pour dissoudre l'étalon.
   d. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien.
2. Analysez la concentration de l'étalon d'azote comme décrit dans la procédure. Calculez le pourcentage de reprise de la façon suivante :

   % reprise = [(concentration mesurée)/120] x 100

   Remarque : *le pourcentage de reprise minimal attendu pour chaque étalon est de 95 %.*

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal, 1 000 mg/l en NH_3–N
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange de 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote ammoniacal à 100 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
394	100 mg/l NH_3–N	98–102 mg/l N	0,5 mg/l N

Résumé de la méthode

La minéralisation acide au persulfate convertit toutes les formes d'azote en nitrate. Du métabisulfite de sodium est ajouté après la minéralisation afin d'éliminer les interférences de l'oxyde d'halogène. Le nitrate réagit ensuite avec l'acide chromotropique dans un milieu très acide pour former un complexe jaune. La longueur d'onde de mesure est de 410 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Azote, total, kit de réactif Test 'N Tube™		50 tubes	2714100

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
OU			
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Pipette TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100
Protections des doigts	2	Lot de 2	1464702

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'azote ammoniacal, 1 000 mg/l en NH_3–N	1 l	2354153
Solution étalon d'azote ammoniacal, 100 mg/l en NH_3–N	500 ml	2406549
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Kit étalon d'azote Kjeldahl primaire	Lot de 3	2277800
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Acide sulfurique, ACS	500 ml	97949
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149
Eau désionisée	500 ml	27249
Eau, sans composés organiques	500 ml	2641549
Papier, pour pesée, 100 x 100 mm	Lot de 500	1473885
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Solution étalon d'azote ammoniacal, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l NH_3–N	Lot de 16	1479110
Solution étalon d'azote ammoniacal, 150 mg/l NH_3–N, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	2128410
Solution étalon d'azote ammoniacal, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 mg/l	Lot de 20	1479120
Azote, solution étalon d'ammoniaque, 10 mg/l NH_3–N	500 ml	15349

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Azote, total inorganique

DOC316.53.01090

Méthode Réduction au trichlorure de titanium **Méthode 10021**

0,2 à 25,0 mg/l N **Tubes Test 'N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Pour des raisons de sécurité, portez des gants pour ouvrir les ampoules de réactif.
Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du nitroferricyanure de sodium. **Maintenez les solutions de cyanure à un pH > 11 pour éviter tout risque d'exposition au gaz de cyanure d'hydrogène.** Collectez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Kit de réactif pour prétraitement de l'azote inorganique total (méthode de réduction $TiCl_3$)	1
Kit de réactif pour azote ammoniacal Test 'N Tube AmVer™	1
Centrifugeuse	1
Entonnoir, micro	1

Eléments à préparer (suite)

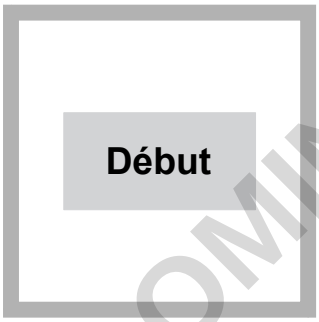
Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml, avec embouts de pipette	1
Pipette, jaugée, classe A, 1,00 ml	1
Portoir de tubes à essai	1
Eau désionisée	1 ml

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

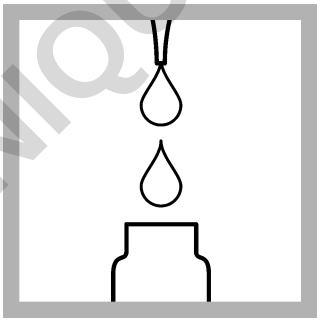
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si la présence de chlore est connue, ajoutez une goutte de thiosulfate de sodium 0,1 N pour éliminer chaque 0,3 mg/l de chlore pour un échantillon d'un litre.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'l'acide chlorhydrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

Procédure Test 'N Tube

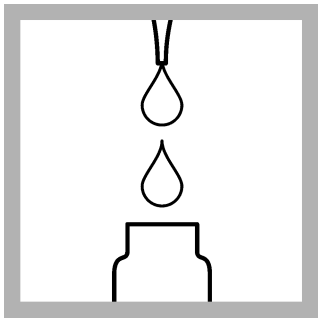


1. Lancez le programme **346 N Inorganic TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

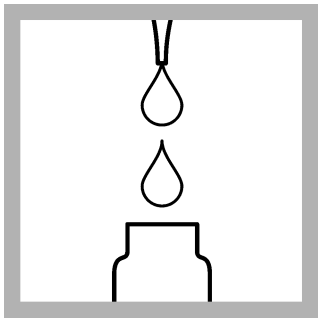
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Ajoutez 1 ml de base concentrée pour prétraitement d'azote total inorganique dans deux tubes de diluants prévus à cet effet.

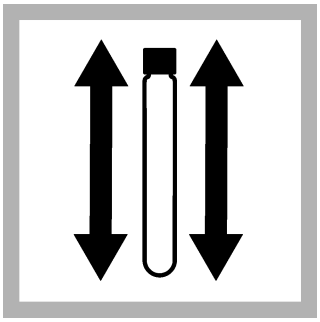


3. Préparation de l'échantillon : ajoutez 1 ml d'échantillon dans l'un des tubes.

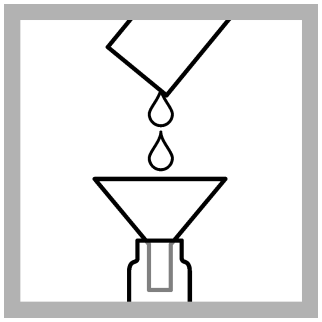


4. Préparation du blanc : ajoutez 1 ml d'eau désionisée dans le deuxième tube.

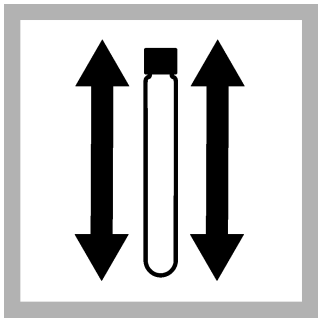
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



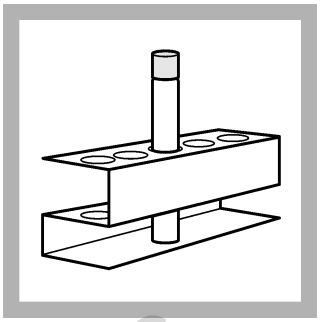
5. Bouchez les deux tubes. Agitez pendant 30 secondes pour mélanger.



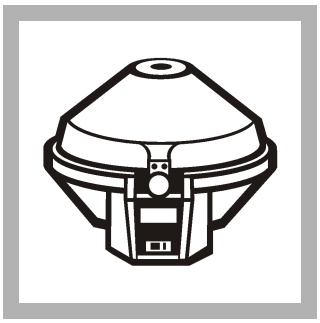
6. Ajoutez le contenu d'une ampoule de réducteur pour l'azote total inorganique dans le tube d'échantillon préparé. Ajoutez le contenu d'une autre ampoule de réducteur pour l'azote total inorganique dans le tube de blanc.
Un précipité noir se forme immédiatement.



7. Bouchez les deux tubes. Agitez doucement pendant au moins 30 secondes pour mélanger.
Le précipité doit être noir après agitation. Une agitation excessive donne un précipité blanc et des résultats trop faibles.



8. Laissez reposer les tubes pendant au moins une minute.

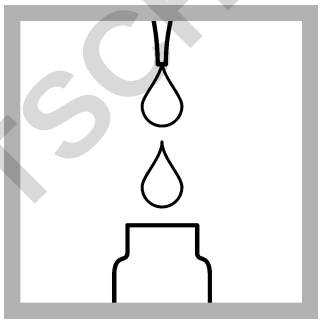


9. Mettez les tubes dans une centrifugeuse.

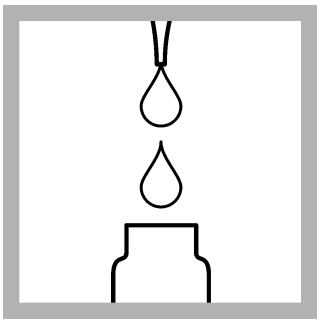


10. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

Placez les tubes dans une centrifugeuse et réglez-la sur trois minutes. En l'absence de centrifugeuse, laissez les tubes reposer pendant 30 minutes afin de permettre aux solides de se déposer au fond des tubes.

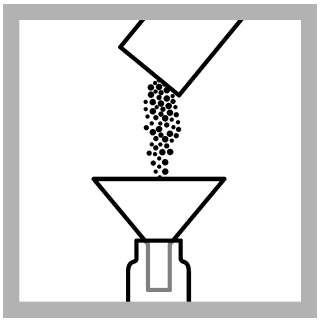


11. A la fin de la minuterie, ajoutez 2 ml d'échantillon préparé provenant de la centrifugeuse à du réactif diluant AmVer dans un tube Test 'N Tube pour l'azote ammoniacal gamme basse. Ne faites pas remonter les sédiments déposés au fond des tubes.

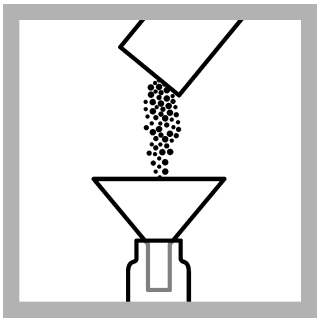


12. Ajoutez 2 ml de blanc provenant de la centrifugeuse à du réactif diluant AmVer dans un deuxième tube Test 'N Tube pour l'azote ammoniacal gamme basse.

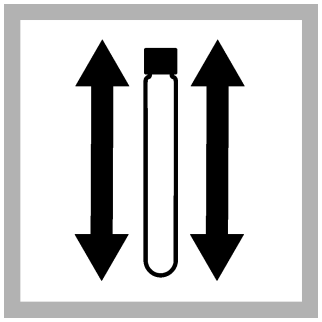
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



13. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif salicylate pour ammoniac (pour les échantillons de 5 ml) dans chaque tube.



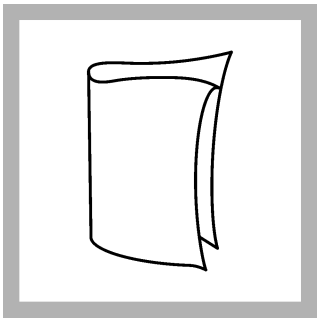
14. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif cyanurate pour ammoniac (pour les échantillons de 5 ml) dans chaque tube.



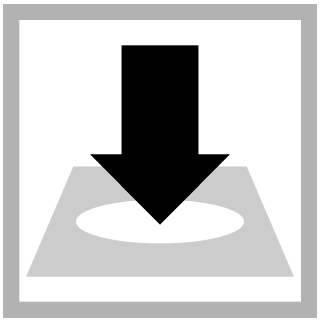
15. Bouchez les deux tubes. Agitez les tubes pour dissoudre totalement la poudre. Une couleur verte se développe en présence d'azote.



16. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 20 minutes commence.



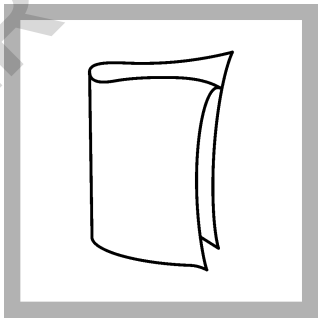
17. A la fin de la minuterie, nettoyez le tube de blanc.



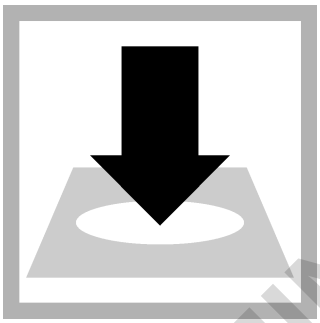
18. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.



19. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l N.



20. Nettoyez le tube d'échantillon.



21. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



22. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l N.

Interférences

Les substances dans le Tableau 2 peuvent interférer lorsqu'elles sont présentes. Les substances dans le Tableau 3 n'interfèrent pas en dessous des niveaux indiqués.

Tableau 2 Substances interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Calcium	Provoque une interférence positive à 1 000 mg/l en $CaCO_3$
Manganèse (IV)	Entraîne une interférence négative à 3 mg/l
Magnésium	Provoque une interférence positive à 1 000 mg/l en $CaCO_3$

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 2 Substances interférentes (suite)

Substance interférente	Niveau d'interférence
Sulfure	Entraîne une interférence négative à 3 mg/l
Sulfate	Entraîne une interférence négative à 250 mg/l

Tableau 3 Substances non interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Al^{3+}	8 mg/l
Ba^{2+}	40 mg/l
Cu^{2+}	40 mg/l
Fe^{3+}	8 mg/l
Zn^{2+}	80 mg/l
F^{-}	40 mg/l
PO_4^{3-}–P	8 mg/l
SiO_2	80 mg/l
EDTA	80 mg/l

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule PourRite de solution étalon d'azote nitrique, 500 mg/l NO_3^{-}–N
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange de 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon d'azote nitrique à 10,0 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
346	20,0 mg/l NO_3^-–N	19,6–20,4 mg/l NO_3^-–N	0,2 mg/l NO_3^-–N

Reprise des formes chimiques

L'analyse d'azote inorganique total est conçue pour donner une estimation de la charge totale en nitrite, nitrate et azote ammoniacal dans un échantillon d'eau ou d'eaux résiduaires. Cette analyse vise plus particulièrement le contrôle des échantillons pris à partir d'un effluent industriel ou d'un effluent d'eaux résiduaires où il est important de suivre la charge d'azote inorganique qui transite à travers le système de traitement. L'analyse indique les différentes reprises des trois formes d'azote, comme indiqué dans le Tableau 4. Elle n'est pas recommandée lorsqu'il est nécessaire de quantifier uniquement l'une des trois formes. Dans ce cas, des procédures spécifiques pour chaque analyte sont conseillées.

Tableau 4 Reprise des formes chimiques

Forme azotée	Pourcentage de reprise
NH_3–N	112 %
NO_3^-–N	100 %
NO_2^-–N	77 %

Résumé de la méthode

Les ions titaniques (III) réduisent le nitrate et le nitrite en ammoniaque dans un milieu basique. Une fois les solides éliminés par la centrifugeuse, l'ammoniaque se combine avec le chlore pour former de la monochloramine. La monochloramine réagit avec le salicylate pour former l'acide 5-aminosalicylate. L'acide 5-aminosalicylate s'oxyde en présence d'un catalyseur au nitroprussiate de sodium pour former un composé de couleur bleue. La couleur bleue est masquée par la couleur jaune provenant des excès de réactif, ce qui donne au final une solution de couleur verte. La longueur d'onde de mesure est de 655 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Azote, inorganique total, kit de réactif pour prétraitement (méthode de réduction TiCl3)	—	25 analyses	2604945
Azote ammoniacal, kit de réactif, gamme basse Test 'N Tube™ AmVer™	2	25 analyses	2604545
Eau désionisée	varie	100 ml	27242

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Centrifugeuse, 115 V c.a., 6 x 15 ml	1	1	2676500
OU			
Centrifugeuse, 220 V c.a., 6 x 15 ml	1	1	2676502
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100
Gants, nitrile, L (autres tailles disponibles)	1 paire	Lot de 100	2550503

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Flacon, jaugé, 50 ml	1	1457441
Solution étalon d'azote nitrique, 10,0 mg/l NO_3–N	500 ml	30749
Solution étalon d'azote nitrique, ampoule PourRite® de 2 ml, 500 mg/l	Lot de 20	1426020
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Acide chlorhydrique, concentré	500 ml	13449
Solution d'hydroxyde de sodium, 5 N	50 ml	245026
Thiosulfate de sodium, 0,1 N	100 ml	32332
Pipette, jaugée, classe A, 1,00 ml	1	1451535
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800

Réactifs et accessoires en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'azote nitrique, 1 mg/l NH_3-N	500 ml	204649
Solution étalon d'azote nitrique, 100 mg/l NH_3-N	500 ml	194749
Solution étalon d'azote nitrique, 1 000 mg/l NH_3-N	500 ml	1279249
Solution étalon d'azote nitrique, 15 mg/l NH_3-N	100 ml CGG	2415132

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Azote, Kjeldahl total

DOC316.53.01091

Méthode Nessler[1]

Méthode 8075

1 à 150 mg/l TKN

Solution de réactif

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et les boues ; minéralisation requise.

[1] Adaptée à partir de la documentation Hach, et. al., Journal of Association of Official Analytical Chemists, 70(5) 783-787 (1987); Hach, et. al., Journal of Agricultural and Food Chemistry, 33(6) 1117-1123 (1985) ; Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

En cas d'utilisation de la cuve à circulation avec les appareils compatibles, nettoyez régulièrement la cuve. Versez quelques cristaux de thiosulfate de sodium pentahydraté dans l'entonnoir de la cuve ou rincez cette cuve avec une solution de thiosulfate de sodium. Versez ensuite une quantité suffisante d'eau désionisée pour dissoudre ces cristaux dans la cuve. Rincez la cuve avec de l'eau désionisée.

Le réactif Nessler contient de l'iodure de mercure. L'échantillon après réaction et le blanc contiennent également du mercure. Ne versez pas ces solutions à l'évier. Regroupez les échantillons ayant réagi et le blanc pour les mettre au rebut de façon réglementaire.

Tenez le compte-gouttes et son flacon à la verticale, et non pas penchés, pendant l'ajout de réactif.

Utilisez l'option d'ajustement d'étalon avec chaque nouveau lot de réactif pour obtenir les meilleurs résultats. Reportez-vous à la méthode par solution étalon à la section Vérification de l'exactitude à la page 6.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Granules pour ébullition, carbure de silicium	2-3
Eprouvette graduée de mélange, 25 ml	2
Protège-doigts	2
Appareil de minéralisation Digesdahl	1
Peroxyde d'hydrogène, 50 %	20 ml
Stabilisant minéral	6 gouttes
Réactif Nessler	2 ml
Agent de dispersion à l'alcool polyvinylique	6 gouttes
Solution étalon d'hydroxyde de potassium (KOH), 1,0 N	varie
Solution étalon d'hydroxyde de potassium (KOH), 8,0 N	varie
Acide sulfurique, ACS, concentré	6 ml
Solution témoin de TKN	2 gouttes
Pipette, TenSette, 0,1 à 1,0 ml et embouts	1
Ecran de sécurité	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

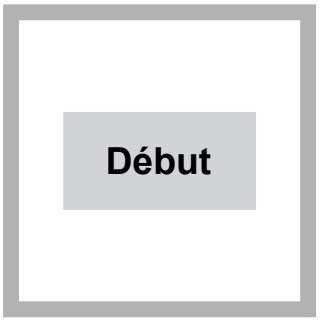
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 3–5 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

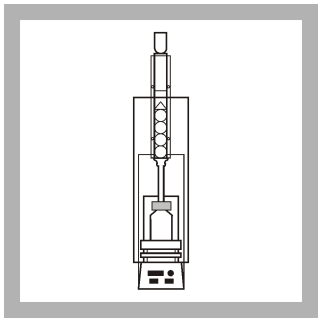
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Méthode Nessler

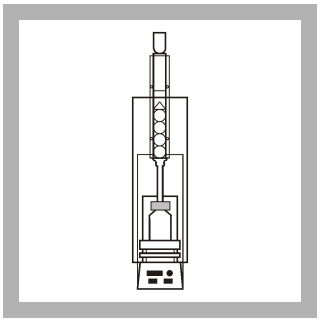


1. Lancez le programme **399 Nitrogen, TKN**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



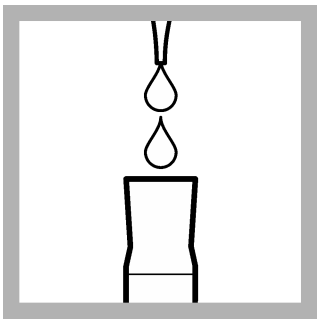
2. Préparation de l'échantillon : utilisez le manuel d'instruction de l'appareil de minéralisation Digesdahl pour minéraliser l'échantillon. Reportez-vous à la section Volumes d'échantillon minéralisé à la page 5.



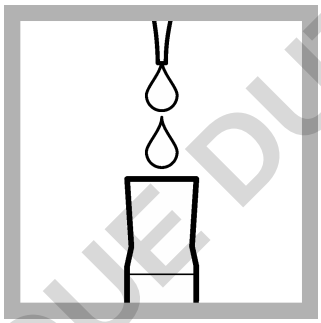
3. Préparation du blanc : minéralisez une quantité égale d'eau désionisée à utiliser en tant que blanc.



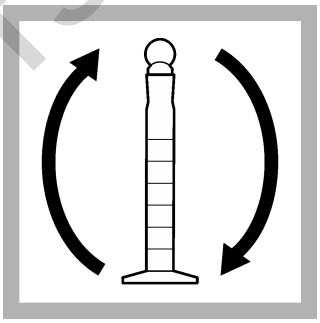
4. Utilisez une pipette pour transférer le volume d'échantillon minéralisé à analyser dans une éprouvette graduée de mélange. Reportez-vous à la section Volumes d'échantillon minéralisé à la page 5.



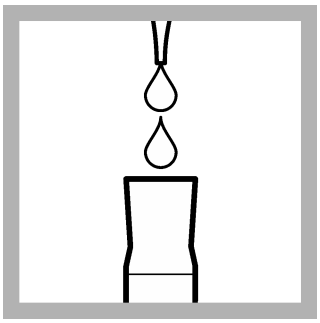
5. Utilisez une pipette pour transférer une quantité égale d'eau désionisée minéralisée vers une deuxième éprouvette de mélange graduée.



6. Ajoutez une goutte de témoin de TKN dans chaque éprouvette.

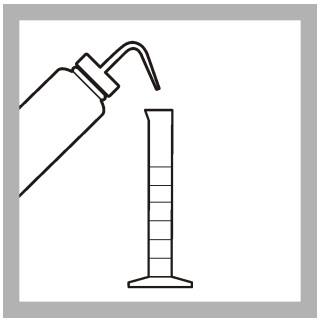


7. Si l'aliquot est inférieur à 1 ml, passez à l'étape 8. En revanche, si l'aliquot est supérieur à 1 ml, ajoutez des gouttes de KOH 8,0 dans chaque éprouvette jusqu'à l'apparition des premières traces de bleu. Bouchez l'éprouvette et retournez-la après chaque addition.

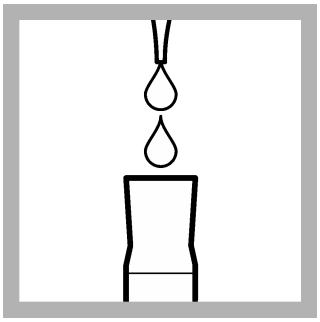


8. Ajoutez du KOH 1,0 N dans chaque éprouvette, une goutte à la fois. Mélangez après chaque addition. Continuez jusqu'à ce que la première couleur bleue permanente apparaisse.

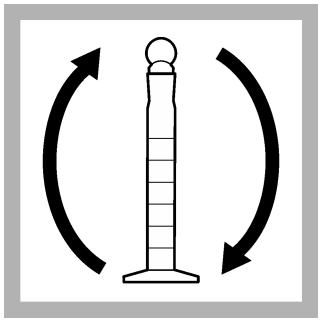
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



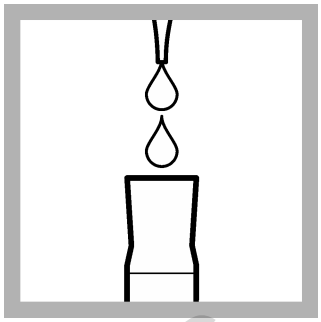
9. Remplissez les deux éprouvettes jusqu'au repère de 20 ml avec de l'eau désionisée.



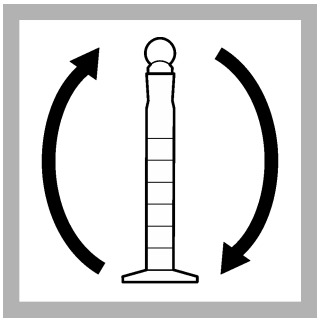
10. Ajoutez trois gouttes de stabilisant minéral dans chaque éprouvette.



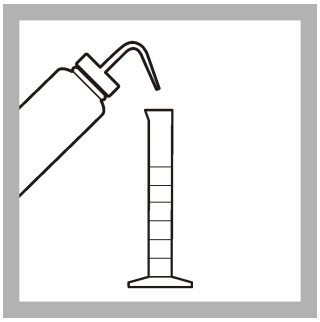
11. Bouchez les éprouvettes et retournez-les pour les mélanger.



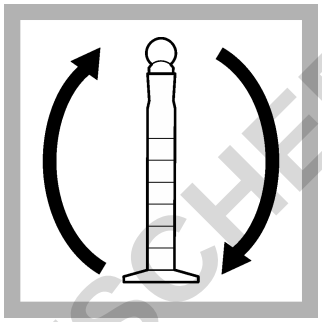
12. Ajoutez trois gouttes d'agent de dispersion à l'alcool polyvinylique dans chaque éprouvette.



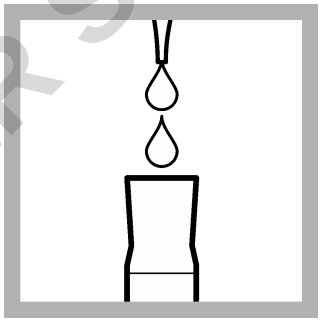
13. Bouchez les éprouvettes et retournez-les pour les mélanger.



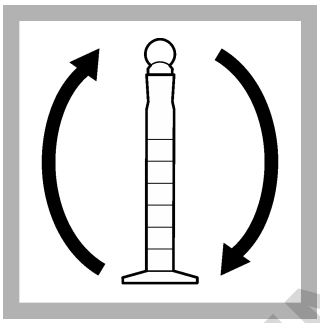
14. Remplissez les deux éprouvettes jusqu'au repère de 25 ml avec de l'eau désionisée.



15. Bouchez les éprouvettes et retournez-les plusieurs fois pour mélanger leur contenu.



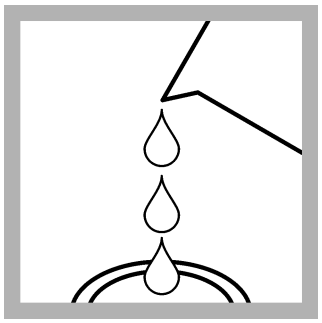
16. Utilisez une pipette pour ajouter 1,00 ml de réactif Nessler dans chaque éprouvette.



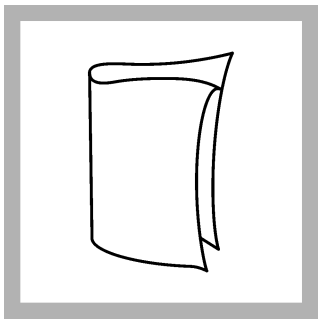
17. Bouchez les éprouvettes et retournez-les pour les mélanger. La solution doit être limpide. Toute turbidité (trouble) risque d'entraîner des résultats incorrects.



18. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.

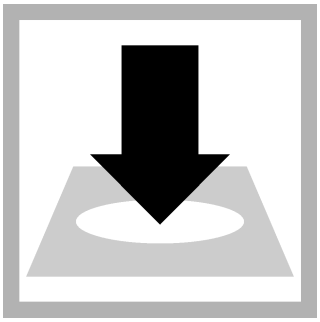


19. A la fin de la minuterie, versez le contenu des éprouvettes dans des cuves d'échantillon distinctes.

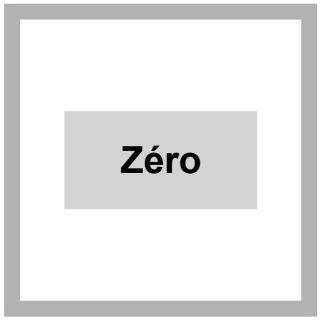


20. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

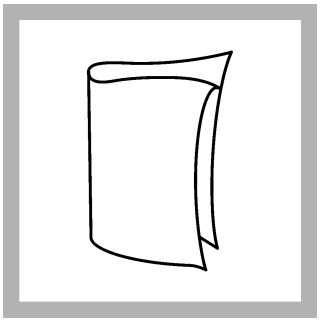
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



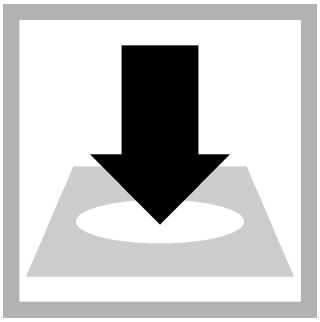
21. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



22. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l TKN.



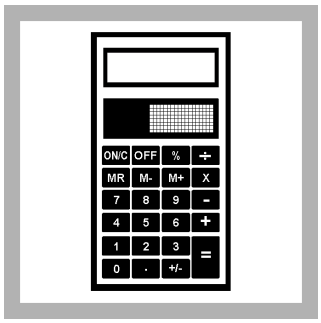
23. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



24. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



25. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l TKN.



26. Calculez le TKN de l'échantillon en ppm :

TKN = (75 x A) ÷ (B x C)

Où :

- A = mg/l lu sur l'affichage
- B = ml (ou g) d'échantillon pris pour la minéralisation
- C = ml de minéralisat pris pour l'analyse

Volumes d'échantillon minéralisé

Tableau 2 Echantillons aqueux (solutions ou suspensions dans l'eau avec moins de 1 % de particules)

Concentration attendue d'azote (mg/l)	Volume d'analyse (ml)
0,5 à 28	10
2 à 112	5
11 à 560	2
45 à 2 250	1
425 à 22 500	0,5

Tableau 3 Echantillons secs

Concentration attendue d'azote (mg/l)	Volume d'analyse (ml)
42 à 2 200	10
106 à 5 600	5
350 à 18 000	2

Tableau 3 Echantillons secs (suite)

Concentration attendue d'azote (mg/l)	Volume d'analyse (ml)
1 000 à 56 000	1
4 200 à 220 000	0,5

Tableau 4 Huiles et graisses

Concentration attendue d'azote (mg/l)	Volume d'analyse (ml)
85 à 4 500	10
210 à 11 000	5
2 100 à 110 000	1

Vérification de l'exactitude

Méthode par minéralisation

Pour valider la méthode par minéralisation, utilisez les étalons primaires pour l'azote Kjeldahl figurant dans la section de vérification d'exactitude du *manuel d'instruction du minéralisateur Digesdahl®*. Appliquez la procédure de vérification de l'exactitude pour déterminer l'efficacité de la minéralisation et la quantité d'azote lié qui est libérée pendant la minéralisation.

Utilisez l'étalon Kjeldahl minéralisé dans la procédure d'analyse Nessler afin de mesurer le TKN de l'étalon primaire. La valeur de TKN doit correspondre à ± 3 % de la valeur de l'étalon Kjeldahl préparé.

Méthode par solution étalon

Eléments à préparer :

- Solution étalon à 1,0 mg/l NH_3–N
- Témoin de TKN
- Compte-gouttes
- Eprouvettes graduées de mélange de 25 ml (2)
- Eau désionisée
- Stabilisant minéral
- Agent de dispersion à l'alcool polyvinylique

1. Ajoutez une goutte de témoin de TKN dans chaque éprouvette graduée de mélange de 25 ml.
2. Remplissez l'une des éprouvettes jusqu'au repère de 20 ml avec de l'eau désionisée. Remplissez l'autre éprouvette jusqu'au repère de 20 ml avec une solution étalon à 1,0 mg/l NH_3–N.
3. Ajoutez 3 gouttes de stabilisant minéral dans chaque éprouvette. Retournez plusieurs fois pour mélanger.
4. Ajoutez 3 gouttes d'agent de dispersion à l'alcool polyvinylique dans chaque éprouvette. Retournez plusieurs fois pour mélanger.
5. Poursuivez la procédure TKN pour mesurer la concentration de la solution étalon. Un étalonnage exact affiche 26-27 mg/l TKN.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
399	76 mg/l NH_3–N	70–82 mg/l NH_3–N	1 mg/l NH_3–N

Résumé de la méthode

Le terme Azote Kjeldahl total se rapporte à la combinaison de l'ammoniaque et de l'azote organique. Cependant, seuls les composés d'azote organique qui sont présents sous forme d'azote à liaison organique, à l'état trinégatif, sont déterminés au cours de cette analyse. L'azote sous cette forme est converti en sels d'ammonium du fait de l'action de l'acide sulfurique et du peroxyde d'hydrogène. L'ammoniaque est ensuite analysée au moyen d'une méthode Nessler modifiée. La longueur d'onde de mesure est de 460 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Le réactif Nessler contient de l'iodure de mercure. Les échantillons ayant réagi et les blancs contiennent du mercure et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour azote, 0 à 150 mg/l, méthode Nessler	—	250 analyses	2495300
Inclut :			
Peroxyde d'hydrogène, 50 %	20 ml	490 ml	2119649
Stabilisant minéral	6 gouttes	50 ml (FCGA)	2376626
Réactif Nessler	2 ml	500 ml	2119449
Agent de dispersion de l'alcool polyvinylique	6 gouttes	50 ml (FCGA)	2376526
Solution étalon d'hydroxyde de potassium, 1,0 N	varie	50 ml (FCGA)	2314426
Solution étalon d'hydroxyde de potassium, 8,0 N	varie	100 ml CGG	28232H
Acide sulfurique, concentré, ACS	varie	500 ml	97949
Solution témoin de TKN	2 gouttes	50 ml (FCGA)	2251926

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Granules pour ébullition, carbure de silicium	2–3	500 g	2055734
Eprouvette graduée, 25 ml, certifiée	2	1	2636240
Minéralisateur Digesdahl®, 115 V c.a.	1	1	2313020
OU			
Minéralisateur Digesdahl®, 220 V c.a.	1	1	2313021
Protections des doigts	2	Lot de 2	1464702

Accessoires nécessaires (suite)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Ecran de sécurité	1	1	5003000

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Kit étalon d'azote Kjeldahl primaire	Lot de 3	2277800
Solution étalon d'azote ammoniacal, 1,0 mg/l NH_3–N	500 ml	189149
Azote, solution étalon d'ammoniaque, ampoules Voluette® de 10 ml, 150 mg/l	Lot de 16	2128410
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Thiosulfate de sodium, pentahydrate	454 g	46001
Kit de cuve à circulation (DR 2700, DR 2800)	1	5940400
Kit de cuve à circulation (DR 5000)	1	LZV479
Briseur d'ampoule PourRite®, 2 ml	1	2484600
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Papier, pour pesée, 100 x 100 mm	Lot de 500	1473885
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Solution étalon d'azote ammoniacal, 10 mg/l NH_3–N	500 ml	15349
Solution étalon d'azote ammoniacal, 100 mg/l en NH_3–N	500 ml	2406549
Azote, solution étalon d'ammoniaque, 1 000 mg/l NH_3–N	1 l	2354153
Solution étalon d'azote ammoniacal, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l NH_3–N	Lot de 16	1479110
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Solution étalon d'azote ammoniacal, ampoules PourRite® de 2 ml, 50 mg/l	Lot de 20	1479120

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

HACH®
FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Carbone organique, total

DOC316.53.01093

Méthode directe[1] **Méthode 10129**

0,3 à 20,0 mg/l C (gamme basse) **Tubes Test ‘N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau, l'eau potable et les eaux résiduaires

[1] Brevet U.S. 6,368,870

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Un blanc de réactif est requis pour chaque série d'échantillons.
Pour analyser des concentrations plus élevées de COT, utilisez la méthode 10173 ou 10128.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Kit de réactif Test 'N Tube gamme basse, méthode directe au carbone organique total	1
Eprouvette graduée, 10 ml	1
Réacteur DRB200	1
Erlenmeyer, 50 ml	1

Eléments à préparer (suite)

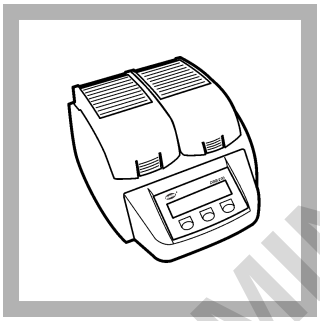
Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière et adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Agitateur magnétique	1
Papier pH	1
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml, avec embouts de pipette	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Barre d'agitation, magnétique	1
Portoir de tubes à essai	1
Eau sans composés organiques	3,0 ml
Racleurs, amovibles	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

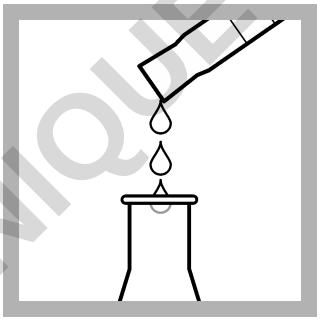
Prise d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres.
- Homogénéisez les échantillons qui contiennent des solides pour obtenir un échantillon représentatif.
- Rincez plusieurs fois le flacon d'échantillon avec l'échantillon à prélever.
- Remplissez entièrement le flacon et serrez son bouchon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Il n'est pas conseillé de conserver l'acide.

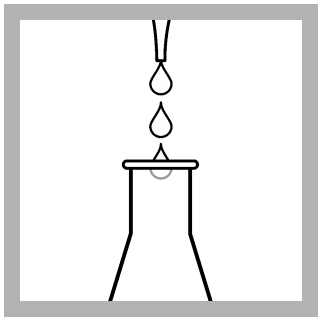
Procédure Test 'N Tube



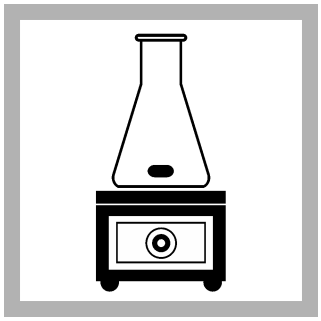
1. Mettez en marche le réacteur DRB200. Sélectionnez le programme COT.



2. Ajoutez 10 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 50 ml. Placez la barre d'agitation dans l'Erlenmeyer.

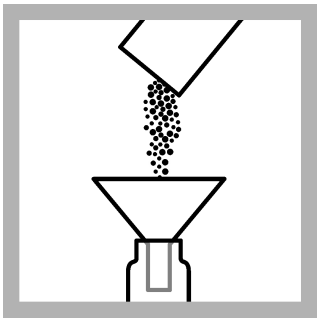


3. Ajoutez 0,4 ml de solution tampon dans l'Erlenmeyer, pour un pH de 2,0. Utilisez du papier pH pour vous assurer que le pH est de 2.

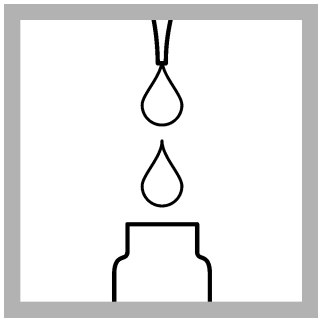


4. Posez l'Erlenmeyer sur une plaque d'agitation. Agitez à vitesse modérée pendant 10 minutes.

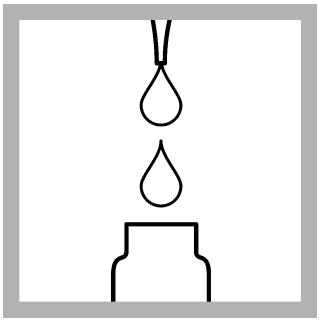
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



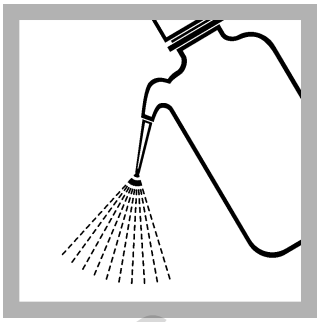
5. Apposez une étiquette indiquant « Blanc de réactif » sur un tube de minéralisation acide en gamme basse. Apposez une étiquette avec la mention « Echantillon » sur un deuxième tube de minéralisation acide en gamme basse. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate pour le COT dans chaque tube de minéralisation acide.



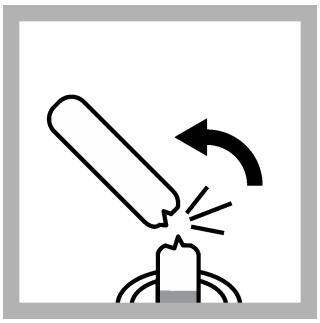
6. Préparation du blanc : ajoutez 3,0 ml d'eau inorganique dans le tube de blanc.



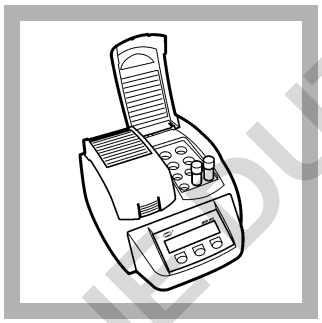
7. Préparation de l'échantillon : ajoutez 3,0 ml d'échantillon provenant de l'Erlenmeyer dans le tube d'échantillon.



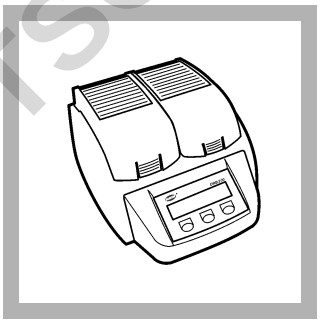
8. Rincez à l'eau désionisée deux ampoules de témoin bleu en gamme basse. Nettoyez les ampoules avec une lingette. Ne touchez pas les bords des ampoules propres. Tenez-les par le haut.



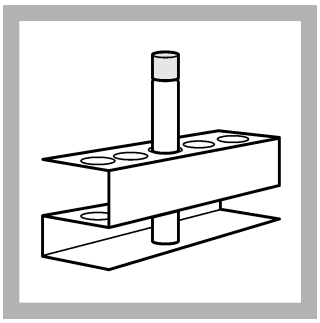
9. Placez une ampoule non ouverte dans chaque tube de minéralisation acide. Cassez le haut de l'ampoule lorsque son repère de cassure est aligné sur le haut du tube et laissez-la tomber dans le tube.
Ne retournez, ni n'inclinez les tubes contenant une ampoule.



10. Fermez les tubes hermétiquement. Insérez-les dans le réacteur.

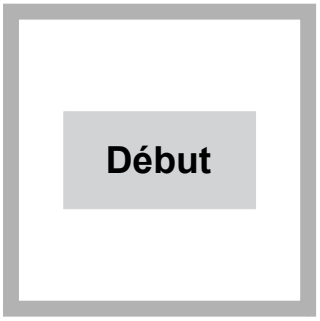


11. Fermez le réacteur. Laissez les tubes réagir pendant 2 heures de 103 à 105 °C.



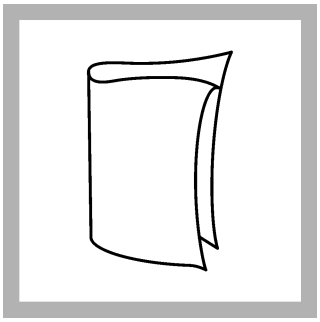
12. Au bout de deux heures, retirez les tubes du réacteur. Placez-les sur un portoir de tubes à essai et laissez-les refroidir pendant une heure. Assurez-vous que les tubes restent constamment à la verticale. Le liquide du blanc doit virer au bleu foncé.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

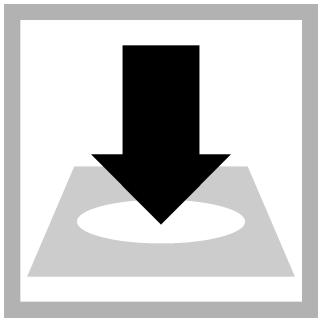


13. Lancez le programme **427 Organic Carbon LR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

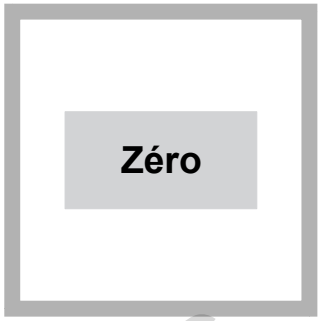
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



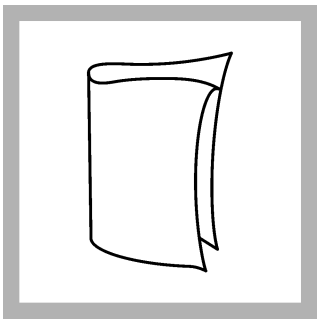
14. Nettoyez le tube de blanc.



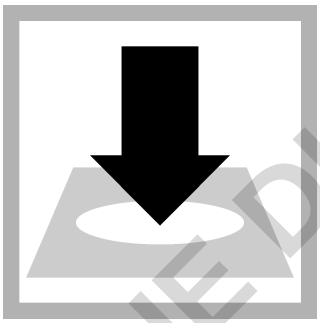
15. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.



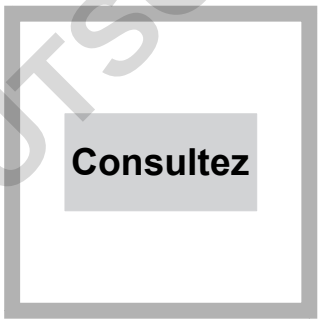
16. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l C.



17. Nettoyez le tube d'échantillon.



18. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



19. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l C.

Interférences

Si l'échantillon contient plus de 600 mg/l pour l'alcalinité $CaCO_3$, ajoutez de l'acide sulfurique pour ramener son pH en dessous de 7, puis appliquez la procédure d'analyse.

La plupart de la turbidité de l'échantillon est soit dissoute pendant l'étape de minéralisation, soit décantée pendant la période de refroidissement. Des turbidités d'échantillon jusqu'à 50 NTU ont été analysées sans interférence.

Le tableau qui suit répertorie les substances testées et qui n'interfèrent pas jusqu'aux niveaux indiqués.

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	10 mg/l Al
Azote ammoniacal	1 000 mg/l en N
Eaux résiduaires ASTM	Aucun effet
Bromure	500 mg/l Br^-
Brome	25 mg/l Br_2
Calcium	2 000 mg/l en $CaCO_3$

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Chlorure	500 mg/l Cl^-
Chlore	10 mg/l Cl_2
Dioxyde de chlore	6 mg/l ClO_2
Cuivre	10 mg/l Cu
Cyanure	10 mg/l CN^-
Iodure	50 mg/l I^-
Fer (II)	10 mg/l Fe^{2+}
Fer (III)	10 mg/l Fe^{3+}
Magnésium	2 000 mg/l en $CaCO_3$
Manganèse (VII)	1 mg/l Mn
Monochloramine	14 mg/l NH_2Cl en Cl_2
Nitrite	500 mg/l NO^{2-}
Ozone	2 mg/l O_3
Phosphate	3 390 mg/l PO_4^{3-}
Silice	100 mg/l SiO_2
Sulfate	5 000 mg/l SO_4^{2-}
Sulfure	20 mg/l S^{2-}
Sulfite	50 mg/l SO_3^{2-}
Zinc	5 mg/l Zn

Eau de blanc de réactif

L'eau qui est utilisée pour le blanc de réactif doit contenir moins de 0,05 mg/l de carbone. Si le récipient d'eau sans composé organique reste ouvert pendant une période prolongée, l'eau risque d'absorber du dioxyde de carbone (CO_2) présent dans l'atmosphère et de contaminer le blanc. Pour supprimer le CO_2 dissous de l'eau sans composé organique, acidifiez l'eau et agitez-la pendant 10 minutes comme pour la procédure d'analyse.

De manière générale, l'eau qui est conservée dans des récipients en plastique ne doit pas être utilisée pour les blancs de COT en gamme basse. En effet, elle risque d'être contaminée par des composants organiques provenant des parois du récipient. Ces composants organiques lessivés ne peuvent généralement pas être éliminés par le procédé de barbotage en milieu acide.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon COT, 1 000 mg/l C
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 15 ml et pro-pipette
- Eau sans composés organiques
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1. Préparez une solution étalon de carbone organique total de 150 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 15,00 ml d'une solution étalon de COT de 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau exempte de composés organiques. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
3. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
4. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1 ml, 0,2 ml et 0,3 ml de solution étalon préparée, dans cet ordre, dans trois tubes de minéralisation acide.
6. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate pour le COT dans chaque tube.
7. Ajoutez 3,0 ml d'échantillon dans chaque tube. Faites tourner pour mélanger.
8. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
9. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon pour COT, 1 000 mg/l C
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Pipette jaugée de 10 ml, classe A et pro-pipette
- Eau pour réactif sans composé organique

1. Préparez une solution étalon de 10,0 mg/l C de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 10,00 ml de carbone organique total à 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau pour réactif sans composé organique. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
427	10,0 mg/l C	9,1 à 10,9 mg/l C	0,2 mg/l C

Résumé de la méthode

La concentration en carbone organique total (COT) est déterminée en faisant d'abord barboter l'échantillon dans des conditions légèrement acides pour enlever le carbone inorganique. Dans le tube extérieur, le carbone organique présent dans l'échantillon est digéré par le persulfate et l'acide pour former du dioxyde de carbone. Pendant la digestion, le dioxyde de carbone se diffuse dans un réactif indicateur de pH situé dans l'ampoule intérieure. L'adsorption du dioxyde de carbone par le témoin forme de l'acide carbonique. L'acide carbonique modifie le pH et par conséquent la couleur de la solution témoin. L'intensité du changement de couleur dépend de la quantité initiale de carbone présente dans l'échantillon. Les longueurs d'onde de mesure sont de 598 et 430 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Papier pH	1	Lot de 5	39133
Eau, sans composés organiques	3,0 ml	500 ml	2641549
Kit de réactif, carbone organique total, méthode directe, gamme basse, Test 'N Tube™	—	50 tubes	2760345
Inclut :			
Tubes de solution acide de minéralisation, COT gamme basse (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—
Solution tampon, sulfate (non vendu séparément ; voir les autres tailles ci-dessous)	0,4 ml	25 ml	45233
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Ampoule de témoin, COT gamme basse (non vendue séparément)	1	Lot de 10	—
Sachets de poudre de persulfate pour le COT (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 10 ml	1	1	50838
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
OU			
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Erlenmeyer, 50 ml	1	1	50541
Agitateur magnétique	1	1	2881200
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001

Accessoires nécessaires (suite)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Pipette TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Barre d'agitation, magnétique	1	1	4531500
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100
Racleurs, amovibles	1	Lot de 280	2097000

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Ampoule de solution étalon pour COT (étalon KHP, 1 000 mg/l C)	Lot de 5	2791505

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Solution tampon, sulfate pH 2,0	500 ml	45249
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Papier, pour pesée, 100 x 100 mm	Lot de 500	1473885
Pro-pipette	1	1465100
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Pipette, jaugée, classe A, 15 ml	1	1451539
Pipette, jaugée, classe A, 10 ml	1	1451538
Hydrogénophtalate de potassium (KHP), ACS	500 g	31534
Solution étalon d'acide sulfurique, 5,25 N	100 ml	244932

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Carbone organique, total

DOC316.53.01094

Méthode directe[1] **Méthode 10173**

15 à 150 mg/l C (gamme moyenne) **Tubes Test ‘N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau, l'eau potable et les eaux résiduaires

[1] Brevet U.S. 6,368,870

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Un blanc de réactif est requis pour chaque série d'échantillons.
Pour analyser des concentrations plus élevées de COT, utilisez la méthode 10128. Pour analyser des concentrations plus faibles de COT, utilisez la méthode 10129.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Kit de réactif Test 'N Tube gamme moyenne, méthode directe au carbone organique total	1
Eprouvette graduée, 10 ml	1
Réacteur DRB200	1
Erlenmeyer, 50 ml	1

Eléments à préparer (suite)

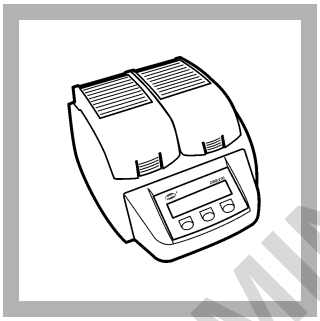
Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière et adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Agitateur magnétique	1
Papier pH	1
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml, avec embouts de pipette	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Barre d'agitation, magnétique	1
Portoir de tubes à essai	1
Eau sans composés organiques	3,0 ml
Racleurs, amovibles	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

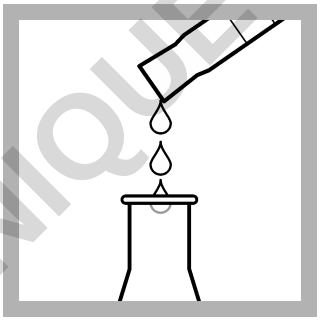
Prise d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres.
- Homogénéisez les échantillons qui contiennent des solides pour obtenir un échantillon représentatif.
- Rincez plusieurs fois le flacon d'échantillon avec l'échantillon à prélever.
- Remplissez entièrement le flacon et serrez son bouchon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Il n'est pas conseillé de conserver l'acide.

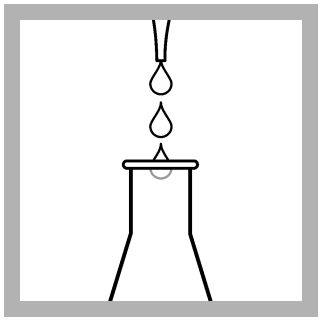
Procédure Test 'N Tube



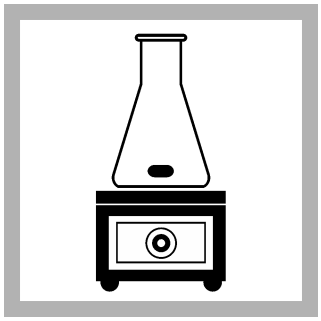
1. Mettez en marche le réacteur DRB200. Sélectionnez le programme COT.



2. Ajoutez 10 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 50 ml. Placez la barre d'agitation dans l'Erlenmeyer.

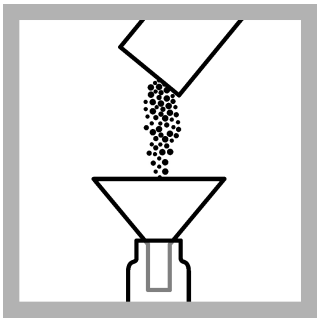


3. Ajoutez 0,4 ml de solution tampon dans l'Erlenmeyer, pour un pH de 2,0. Utilisez du papier pH pour vous assurer que le pH est de 2.

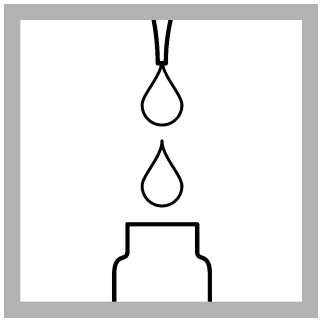


4. Posez l'Erlenmeyer sur une plaque d'agitation. Agitez à vitesse modérée pendant 10 minutes.

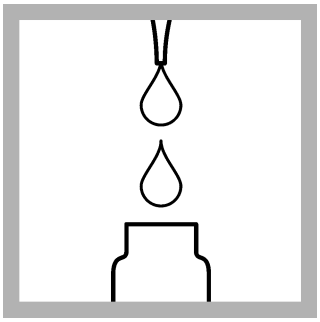
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



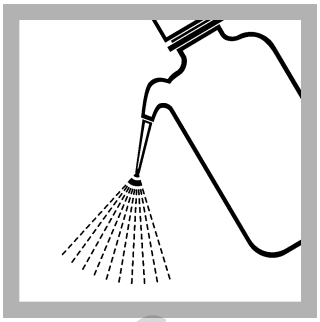
5. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate pour le COT dans chaque tube de minéralisation acide. Apposez une étiquette indiquant « Blanc de réactif » sur un tube de minéralisation acide en gamme moyenne. Apposez une étiquette avec la mention « Echantillon » sur un deuxième tube de minéralisation acide en gamme moyenne.



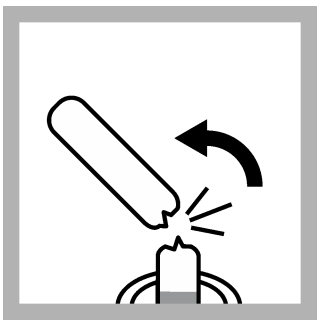
6. Préparation du blanc : ajoutez 1,0 ml d'eau inorganique dans le tube de blanc.



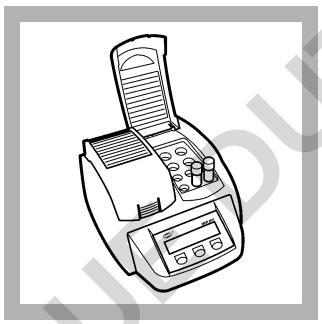
7. Préparation de l'échantillon : ajoutez 1,0 ml d'échantillon provenant de l'Erlenmeyer dans le tube d'échantillon.



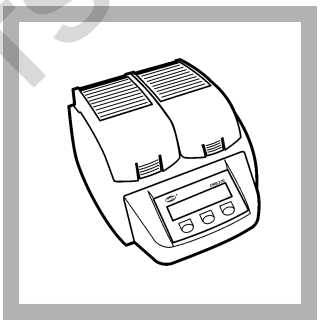
8. Rincez à l'eau désionisée deux ampoules de témoin bleu de gamme moyenne/haute. Nettoyez les ampoules avec une lingette. Ne touchez pas les bords des ampoules propres. Tenez-les par le haut.



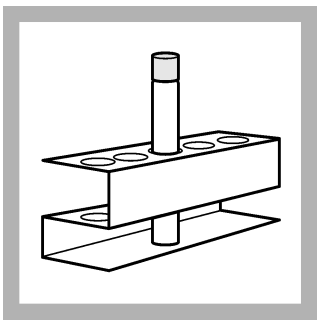
9. Placez une ampoule non ouverte dans chaque tube de minéralisation acide. Cassez le haut de l'ampoule lorsque son repère de cassure est aligné sur le haut du tube et laissez-la tomber dans le tube.
Ne retournez, ni n'inclinez les tubes contenant une ampoule.



10. Fermez les tubes hermétiquement. Insérez-les dans le réacteur.

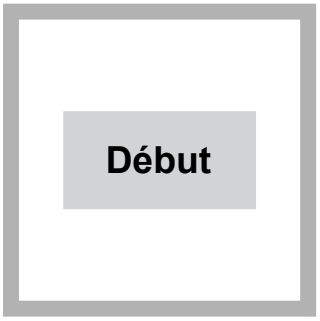


11. Fermez le réacteur. Laissez les tubes réagir pendant 2 heures de 103 à 105 °C.



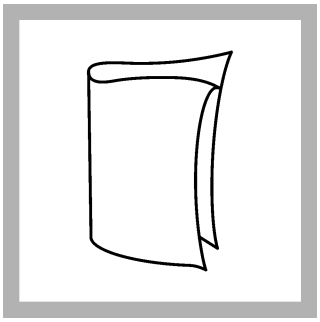
12. Au bout de deux heures, retirez les tubes du réacteur. Placez-les sur un portoir de tubes à essai et laissez-les refroidir pendant une heure. Le liquide du blanc doit virer au bleu foncé.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

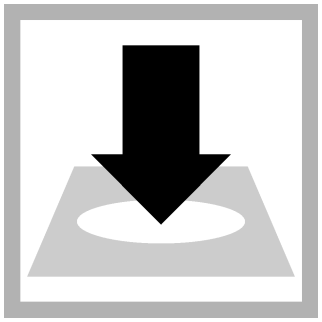


13. Lancez le programme **425 Organic Carbon MR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

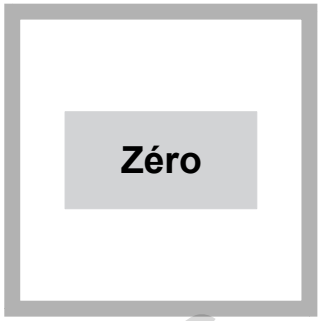
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



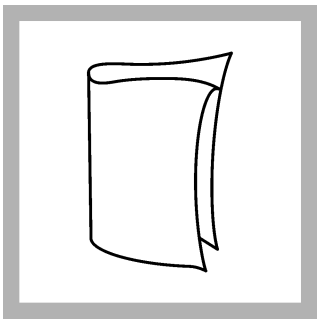
14. Nettoyez le tube de blanc.



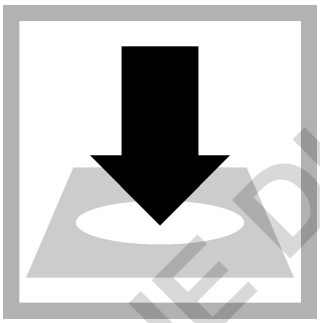
15. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.



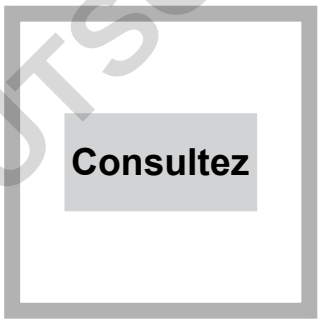
16. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l C.



17. Nettoyez le tube d'échantillon.



18. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



19. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l C.

Interférences

Si l'échantillon contient plus de 1 000 mg/l pour l'alcalinité $CaCO_3$, ajoutez de l'acide sulfurique pour ramener son pH en dessous de 7, puis appliquez la procédure d'analyse.

La plupart de la turbidité de l'échantillon est soit dissoute pendant l'étape de minéralisation, soit décantée pendant la période de refroidissement. Des turbidités d'échantillon jusqu'à 50 NTU ont été analysées sans interférence.

Le tableau qui suit répertorie les substances testées et qui n'interfèrent pas jusqu'aux niveaux indiqués.

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	10 mg/l Al
Azote ammoniacal	1 000 mg/l en N
Eaux résiduaires ASTM	Aucun effet
Bromure	500 mg/l Br^-
Brome	25 mg/l Br_2
Calcium	2 000 mg/l en $CaCO_3$

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Chlorure	1 500 mg/l Cl^-
Chlore	10 mg/l Cl_2
Dioxyde de chlore	6 mg/l ClO_2
Cuivre	10 mg/l Cu
Cyanure	10 mg/l CN^-
Iodure	50 mg/l I^-
Fer (II)	10 mg/l Fe^{2+}
Fer (III)	10 mg/l Fe^{3+}
Magnésium	2 000 mg/l en $CaCO_3$
Manganèse (VII)	1 mg/l Mn
Monochloramine	14 mg/l NH_2Cl en Cl_2
Nitrite	500 mg/l NO^{2-}
Ozone	2 mg/l O_3
Phosphate	3 390 mg/l PO_4^{3-}
Silice	100 mg/l SiO_2
Sulfate	5 000 mg/l SO_4^{2-}
Sulfure	20 mg/l S^{2-}
Sulfite	50 mg/l SO_3^{2-}
Zinc	5 mg/l Zn

Eau de blanc de réactif

L'eau qui est utilisée pour le blanc de réactif doit contenir moins de 0,05 mg/l de carbone. Si le récipient d'eau sans composé organique reste ouvert pendant une période prolongée, l'eau risque d'absorber du dioxyde de carbone (CO_2) présent dans l'atmosphère et de contaminer le blanc. Pour supprimer le CO_2 dissous de l'eau sans composé organique, acidifiez l'eau et agitez-la pendant 10 minutes comme pour la procédure d'analyse.

De manière générale, l'eau qui est conservée dans des récipients en plastique ne doit pas être utilisée pour les blancs de COT en gamme basse. En effet, elle risque d'être contaminée par des composants organiques provenant des parois du récipient. Ces composants organiques lessivés ne peuvent généralement pas être éliminés par le procédé de barbotage en milieu acide.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon COT, 1 000 mg/l C
- Flacon jaugé de 50 ml, classe A
- Pipette jaugée de 15 ml et pro-pipette
- Eau sans composés organiques
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1. Préparez une solution étalon de carbone organique total de 300 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 15,00 ml d'une solution étalon de COT de 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau exempte de composés organiques. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
3. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
4. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1 ml, 0,2 ml et 0,3 ml de solution étalon préparée, dans cet ordre, dans trois tubes de minéralisation acide.
6. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate pour le COT dans chaque tube.
7. Ajoutez 1,0 ml d'échantillon dans chaque tube. Faites tourner pour mélanger.
8. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
9. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon pour COT, 1 000 mg/l C
- Flacon jaugé de 50 ml, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau pour réactif sans composé organique

1. Préparez une solution étalon de 100 mg/l C de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 5,00 ml de carbone organique total à 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau pour réactif sans composé organique. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
425	70 mg/l C	68 à 72 mg/l C	1,2 mg/l C

Résumé de la méthode

La concentration en carbone organique total (COT) est déterminée en faisant d'abord barboter l'échantillon dans des conditions légèrement acides pour enlever le carbone inorganique. Dans le tube extérieur, le carbone organique présent dans l'échantillon est digéré par le persulfate et l'acide pour former du dioxyde de carbone. Pendant la digestion, le dioxyde de carbone se diffuse dans un réactif indicateur de pH situé dans l'ampoule intérieure. L'adsorption du dioxyde de carbone par le témoin forme de l'acide carbonique. L'acide carbonique modifie le pH et par conséquent la couleur de la solution témoin. Le degré du changement de couleur est lié à la quantité initiale de carbone dans l'échantillon. Les longueurs d'onde de mesure sont de 598 et 430 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Papier pH	1	Lot de 5	39133
Eau, sans composés organiques	3,0 ml	500 ml	2641549
Kit de réactif, carbone organique total, méthode directe, gamme moyenne, Test 'N Tube™	—	50 tubes	2815945
Inclut :			
Tubes de solution acide de minéralisation, COT gamme haute (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—
Solution tampon (non vendue séparément ; voir les autres tailles ci-dessous)	0,4 ml	25 ml	—
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Ampoule de témoin, COT gamme moyenne/haute (non vendue séparément)	1	Lot de 10	—
Sachets de poudre de persulfate pour le COT (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 10 ml	1	1	50838
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
OU			
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Erlenmeyer, 50 ml	1	1	50541
Agitateur magnétique	1	1	2881200

Accessoires nécessaires (suite)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Pipette TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Barre d'agitation, magnétique	1	1	4531500
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100
Racleurs, amovibles	1	Lot de 280	2097000

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Ampoule de solution étalon pour COT (étalon KHP, 1 000 mg/l C)	Lot de 5	2791505

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Solution tampon, sulfate pH 2,0	500 ml	45249
Flacon, jaugé, 50 ml	1	1457441
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Papier, pour pesée, 100 x 100 mm	Lot de 500	1473885
Pipette, jaugée, classe A, 15 ml	1	1451539
Pipette, jaugée, classe A, 5,00 ml	1	1451537
Pro-pipette	1	1465100
Hydrogénophtalate de potassium (KHP), ACS	500 g	31534
Solution étalon d'acide sulfurique, 5,25 N	100 ml	244932

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Carbone organique, total

DOC316.53.01095

Méthode directe[1] **Méthode 10128**

100 à 700 mg/l C (gamme haute, spectrophotomètres) **Tubes Test ‘N Tube™**

20 à 700 mg/l C (gamme haute, colorimètres)

Cadre d'application: Pour les eaux résiduaires et industrielles

[1] Brevet U.S. 6,368,870

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Un blanc de réactif est requis pour chaque série d'échantillons.
Pour analyser des concentrations plus faibles de COT, utilisez la méthode 10128 ou 10129.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Kit de réactif Test 'N Tube gamme haute, méthode directe au carbone organique total	1
Eprouvette graduée, 10 ml	1
Réacteur DRB200	1
Erlenmeyer, 50 ml	1

Eléments à préparer (suite)

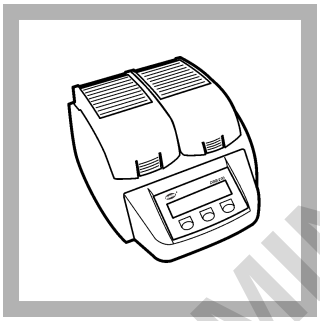
Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Agitateur magnétique	1
Papier pH	1
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml, avec embouts de pipette	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Barre d'agitation, magnétique	1
Portoir de tubes à essai	1
Eau sans composés organiques	0,3 ml
Racleurs, amovibles	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

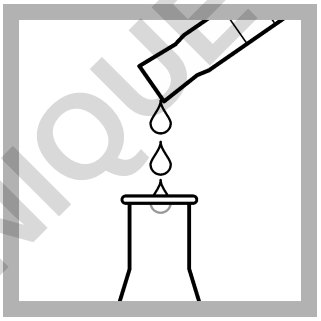
Prise d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres.
- Homogénéisez les échantillons qui contiennent des solides pour obtenir un échantillon représentatif.
- Rincez plusieurs fois le flacon d'échantillon avec l'échantillon à prélever.
- Remplissez entièrement le flacon et serrez son bouchon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Il n'est pas conseillé de conserver l'acide.

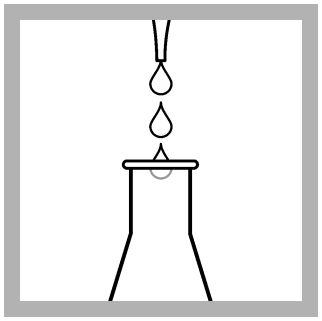
Carbone organique total, gamme haute



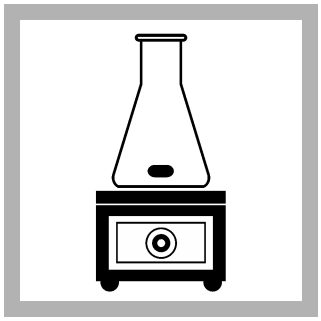
1. Mettez en marche le réacteur DRB200. Sélectionnez le programme COT.



2. Ajoutez 10 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 50 ml. Placez la barre d'agitation dans l'Erlenmeyer.

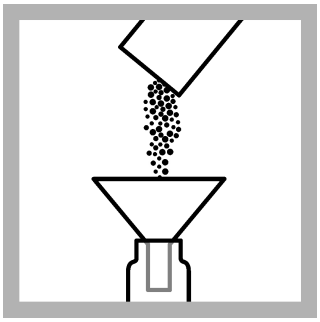


3. Ajoutez 0,4 ml de solution tampon dans l'Erlenmeyer, pour un pH de 2,0. Utilisez du papier pH pour vous assurer que le pH est de 2.

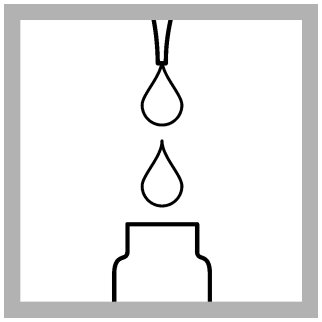


4. Posez l'Erlenmeyer sur une plaque d'agitation. Agitez à vitesse modérée pendant 10 minutes.

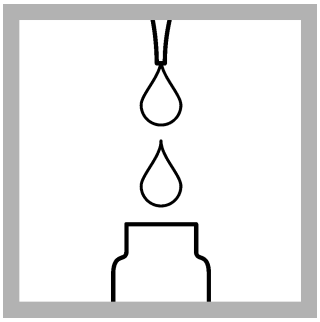
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



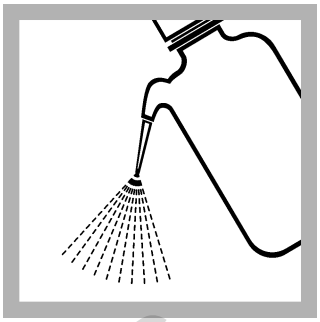
5. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate pour le COT dans chaque tube de minéralisation acide. Apposez une étiquette indiquant « Blanc de réactif » sur un tube de minéralisation acide en gamme haute. Apposez une étiquette avec la mention « Echantillon » sur un deuxième tube de minéralisation acide en gamme haute.



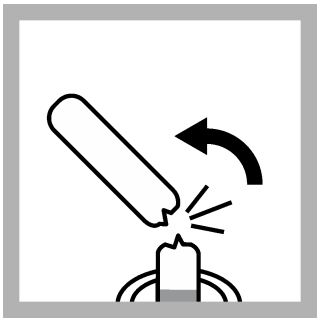
6. Préparation du blanc : ajoutez 0,3 ml d'eau inorganique dans le tube de blanc.



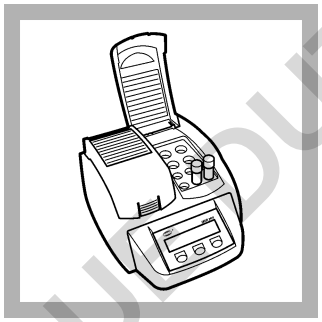
7. Préparation de l'échantillon : ajoutez 0,3 ml d'échantillon provenant de l'Erlenmeyer dans le tube d'échantillon.



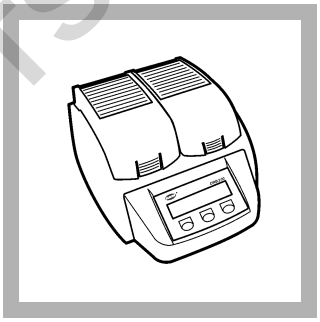
8. Rincez à l'eau désionisée deux ampoules de témoin bleu de gamme moyenne/haute. Nettoyez les ampoules avec une lingette. Ne touchez pas les bords des ampoules propres. Tenez-les par le haut.



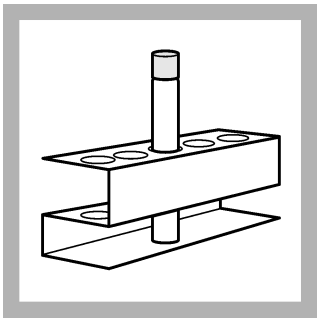
9. Placez une ampoule non ouverte dans chaque tube de minéralisation acide. Cassez le haut de l'ampoule lorsque son repère de cassure est aligné sur le haut du tube et laissez-la tomber dans le tube.
Ne retournez, ni n'inclinez les tubes contenant une ampoule.



10. Fermez les tubes hermétiquement. Insérez-les dans le réacteur.

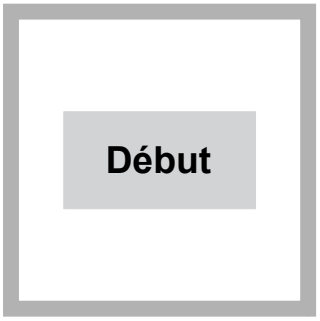


11. Fermez le réacteur. Laissez les tubes réagir pendant 2 heures de 103 à 105 °C.



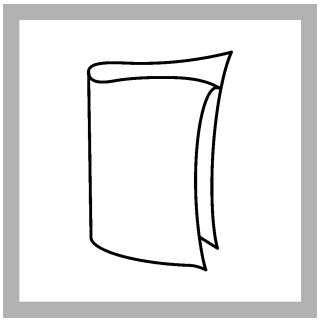
12. Au bout de deux heures, retirez les tubes du réacteur. Les tubes doivent impérativement rester à la verticale. Placez-les sur un portoir de tubes à essai et laissez-les refroidir pendant une heure. Le liquide du blanc doit virer au bleu foncé.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

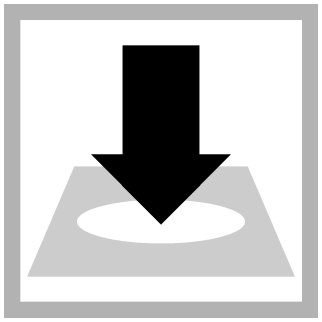


13. Lancez le programme **426 Organic Carbon HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

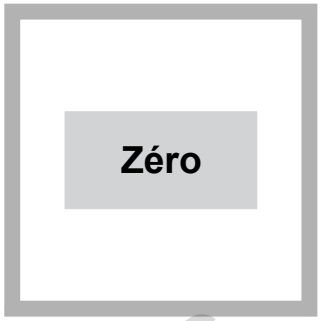
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



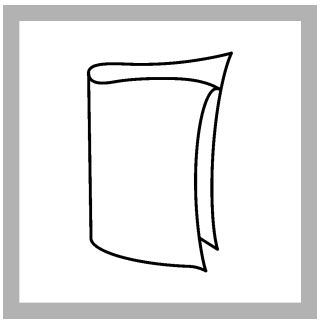
14. Nettoyez le tube de blanc.



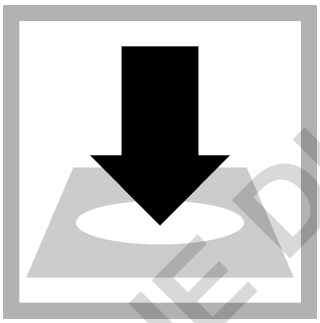
15. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm.



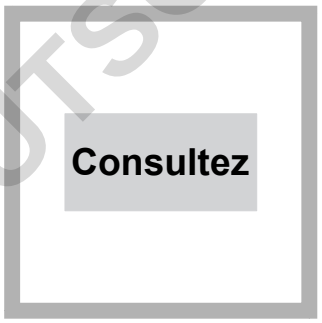
16. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l C.



17. Nettoyez le tube d'échantillon.



18. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



19. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l C.

Interférences

Si l'échantillon contient plus de 1 000 mg/l pour l'alcalinité $CaCO_3$, ajoutez de l'acide sulfurique pour ramener son pH en dessous de 7, puis appliquez la procédure d'analyse.

La plupart de la turbidité de l'échantillon est soit dissoute pendant l'étape de minéralisation, soit décantée pendant la période de refroidissement. Des turbidités d'échantillon jusqu'à 50 NTU ont été analysées sans interférence.

Le tableau qui suit répertorie les substances testées et qui n'interfèrent pas jusqu'aux niveaux indiqués.

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	10 mg/l Al
Azote ammoniacal	1 000 mg/l en N
Eaux résiduaires ASTM	Aucun effet
Bromure	500 mg/l Br^-
Brome	25 mg/l Br_2
Calcium	2 000 mg/l en $CaCO_3$

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Chlorure	5 000 mg/l Cl^-
Chlore	10 mg/l Cl_2
Dioxyde de chlore	6 mg/l ClO_2
Cuivre	10 mg/l Cu
Cyanure	10 mg/l CN^-
Iodure	50 mg/l I^-
Fer (II)	10 mg/l Fe^{2+}
Fer (III)	10 mg/l Fe^{3+}
Magnésium	2 000 mg/l en $CaCO_3$
Manganèse (VII)	1 mg/l Mn
Monochloramine	14 mg/l NH_2Cl en Cl_2
Nitrite	500 mg/l NO^{2-}
Ozone	2 mg/l O_3
Phosphate	3 390 mg/l PO_4^{3-}
Silice	100 mg/l SiO_2
Sulfate	5 000 mg/l SO_4^{2-}
Sulfure	20 mg/l S^{2-}
Sulfite	50 mg/l SO_3^{2-}
Zinc	5 mg/l Zn

Eau de blanc de réactif

L'eau qui est utilisée pour le blanc de réactif doit contenir moins de 0,05 mg/l de carbone. Si le récipient d'eau sans composé organique reste ouvert pendant une période prolongée, l'eau risque d'absorber du dioxyde de carbone (CO_2) présent dans l'atmosphère et de contaminer le blanc. Pour supprimer le CO_2 dissous de l'eau sans composé organique, acidifiez l'eau et agitez-la pendant 10 minutes comme pour la procédure d'analyse.

De manière générale, l'eau qui est conservée dans des récipients en plastique ne doit pas être utilisée pour les blancs de COT en gamme basse. En effet, elle risque d'être contaminée par des composants organiques provenant des parois du récipient. Ces composants organiques lessivés ne peuvent généralement pas être éliminés par le procédé de barbotage en milieu acide.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon COT, 1 000 mg/l C
- Flacon jaugé de 50 ml, classe A
- Pipette jaugée de 15 ml et pro-pipette
- Eau sans composés organiques
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1. Préparez une solution étalon de carbone organique total de 300 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 15,00 ml d'une solution étalon de COT de 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau exempte de composés organiques. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
3. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
4. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1 ml, 0,2 ml et 0,3 ml de solution étalon préparée, dans cet ordre, dans trois tubes de minéralisation acide.
6. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate pour le COT dans chaque tube.
7. Ajoutez 0,3 ml d'échantillon dans chaque tube. Faites tourner pour mélanger.
8. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
9. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon pour COT, 1 000 mg/l C
- Flacon jaugé de 50 ml, classe A
- Pipette jaugée de 15 ml, classe A et pro-pipette
- Eau pour réactif sans composé organique

1. Préparez une solution étalon de 300 mg/l C de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 15,00 ml de carbone organique total à 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau pour réactif sans composé organique. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
426	350 mg/l C	337 à 363 mg/l C	4 mg/l C

Résumé de la méthode

La concentration en carbone organique total (COT) est déterminée en faisant d'abord barboter l'échantillon dans des conditions légèrement acides pour enlever le carbone inorganique. Dans le tube extérieur, le carbone organique présent dans l'échantillon est digéré par le persulfate et l'acide pour former du dioxyde de carbone. Pendant la digestion, le dioxyde de carbone se diffuse dans un réactif indicateur de pH situé dans l'ampoule intérieure. L'adsorption du dioxyde de carbone par le témoin forme de l'acide carbonique. L'acide carbonique modifie le pH et par conséquent la couleur de la solution témoin. Le degré du changement de couleur est lié à la quantité initiale de carbone dans l'échantillon. Les longueurs d'onde de mesure sont de 598 et 430 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Papier pH	1	Lot de 5	39133
Eau, sans composés organiques	3,0 ml	500 ml	2641549
Kit de réactif Test 'N Tube™ gamme haute, méthode directe au carbone organique total	—	50 tubes	2760445
Inclut :			
Tubes de solution acide de minéralisation, COT gamme haute (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—
Solution tampon, sulfate (non vendue séparément ; voir les autres tailles ci-dessous)	0,4 ml	25 ml	—
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Ampoules de témoin, COT gamme moyenne/haute (non vendues séparément)	1	Lot de 10	—
Sachets de poudre de persulfate pour le COT (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 10 ml	1	1	50838
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
OU			
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Erlenmeyer, 50 ml	1	1	50541
Agitateur magnétique	1	1	2881200

Accessoires nécessaires (suite)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Pipette TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Barre d'agitation, magnétique	1	1	4531500
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100
Racleurs, amovibles	1	Lot de 280	2097000

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Ampoule de solution étalon pour COT (étalon KHP, 1 000 mg/l C)	Lot de 5	2791505

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Solution tampon, sulfate pH 2,0	500 ml	45249
Flacon, jaugé, 50 ml	1	1457441
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Pipette, jaugée, classe A, 15 ml	1	1451539
Pro-pipette	1	1465100
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Hydrogénophtalate de potassium (KHP), ACS	500 g	31534
Solution étalon d'acide sulfurique, 5,25 N	100 ml	244932
Papier, pour pesée, 100 x 100 mm	Lot de 500	1473885

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Oxygène, dissous

DOC316.53.01098

Méthode Carmin d'indigo **Méthode 8316**

6 à 800 µg/l O_{2-} (spectrophotomètres) **Ampoules AccuVac®**

10 à 1 000 µg/l O_{2-} (colorimètres)

Cadre d'application: Pour les eaux d'alimentation de chaudière

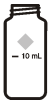
Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères propres aux cuves d'échantillon et aux adaptateurs dans le cadre des analyses avec des ampoules AccuVac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
La mesure d'oxygène dissous n'est stable que pendant 30 secondes. Au bout de 30 secondes, la solution de l'ampoule absorbe l'oxygène contenu dans l'air.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Ampoules AccuVac® d'oxygène dissous en gamme basse	1
Bécher en polypropylène, 50 ml	1

Eléments à préparer (suite)

Description	Quantité
Bouchons, pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1

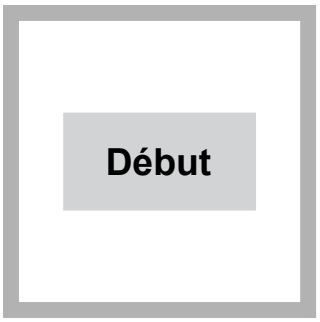
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 4 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

Lors de la prise d'échantillons, il est avant tout important d'éviter leur contamination par de l'oxygène atmosphérique.

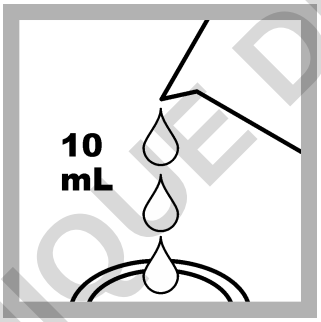
- Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
- Pour de meilleurs résultats, prélevez l'échantillon sur une alimentation en eau reliée directement à la source de l'échantillon par un système de plomberie.
- Utilisez un entonnoir pour assurer un débit continu de l'échantillon et pour collecter un volume suffisant pour remplir l'ampoule.
- N'introduisez pas d'air dans l'échantillon.
- Les tuyaux en caoutchouc, s'ils sont utilisés, introduisent une quantité inacceptable d'oxygène dans l'échantillon. Par conséquent, la longueur des tuyaux doit être réduite au strict minimum et le débit de l'échantillon poussé au maximum.
- Rincez le système d'échantillonnage avec de l'échantillon pendant environ 5 minutes.

Procédure avec ampoule AccuVac®

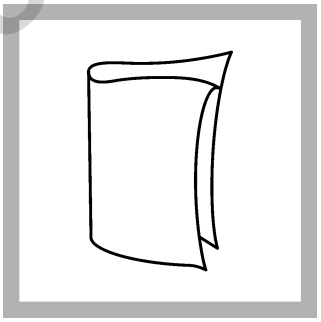


1. Lancez le programme **446 Oxygen, Dis LR AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

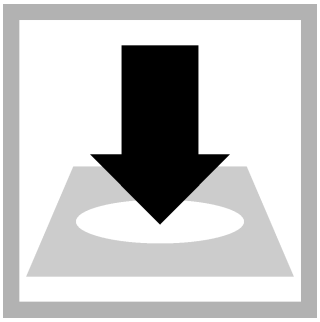
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

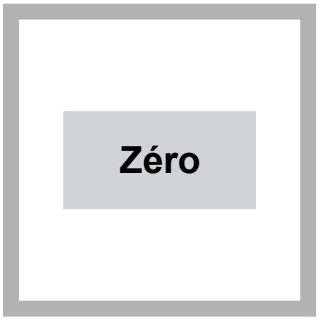


3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

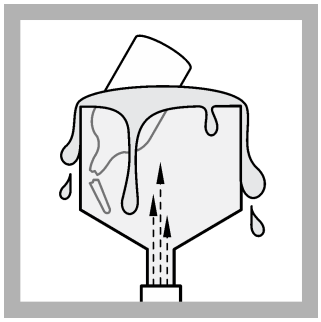


4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

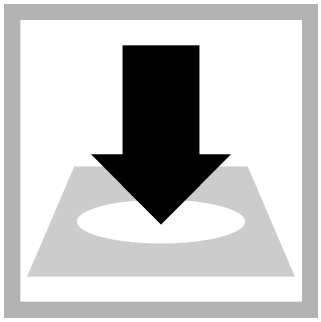
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 µg/l O_2.



6. Préparation de l'échantillon : plongez l'ampoule AccuVac dans l'échantillon pour la remplir. Pour de meilleurs résultats, prélevez l'échantillon sur une alimentation en eau reliée directement à la source de l'échantillon par un système de plomberie. Reportez-vous à la section Prise d'échantillons à la page 2.



7. Nettoyez **immédiatement** l'ampoule et replacez-la dans le porte-cuve.



8. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en µg/l O_2.

Interférences

Les quantités en excès de thioglycolate, d'ascorbate, d'ascorbate + sulfite, d'ascorbate + sulfate de cuivre, de nitrite, de sulfite, de thiosulfate et d'hydroquinone ne réduisent pas la forme oxydée du témoin et ne provoquent pas d'interférences significatives.

Substance interférente	Niveau d'interférence
Hidrazine	Un excès de 100 000 fois amorce la réduction de la forme oxydée de la solution témoin.
Hydrosulfite de sodium	Réduit la forme oxydée de la solution témoin et entraîne une interférence significative.

Vérification de l'exactitude

Mesure du blanc de réactif

Vous pouvez mesurer un blanc de réactif pour cette analyse de la façon suivante :

1. Remplissez un bécher de 50 ml avec de l'échantillon.
2. Ajoutez un sachet de poudre d'hydrosulfite de sodium et agitez le tube.
3. Remplissez une ampoule AccuVac pour l'oxygène dissous en gamme basse avec cet échantillon.
4. Mesurez la concentration d'oxygène dissous comme indiqué dans la procédure d'analyse. Le résultat doit être de 0 ± 6 µg/l O_2.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
446	S/O	non déterminé	6 µg/l O_2

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Résumé de la méthode

L'ampoule AccuVac d'oxygène dissous en gamme basse contient du réactif scellé sous vide dans une ampoule. Lorsque vous brisez le col de l'ampoule AccuVac dans un échantillon contenant de l'oxygène dissous, la solution jaune vire au bleu. L'intensité du bleu est proportionnelle à la concentration d'oxygène dissous. Les résultats des analyses sont mesurés à 610 nm.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Ampoule AccuVac® d'oxygène dissous, gamme basse	1	Lot de 25	2501025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, polypropylène, 50 ml, forme basse	1	1	108041

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Sachets de poudre de réactif hydrosulfite	Lot de 100	2118869

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac®	1	2405200
Préleveur d'échantillon AccuVac®	1	2405100
Ampoules AccuVac® pour blancs d'échantillon	Lot de 25	2677925
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	Lot de 6	173106

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Oxygène, dissous

DOC316.53.01096

Méthode HRDO **Méthode 8166**

0,3 à 15,0 mg/l O_2 (gamme haute) **Ampoules AccuVac®**

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères propres aux cuves d'échantillon et aux adaptateurs dans le cadre des analyses avec des ampoules AccuVac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Ampoules AccuVac® d'oxygène dissous en gamme haute	1
Bécher en polypropylène, 50 ml	1
Bouchons, pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 4 pour les informations de commande.

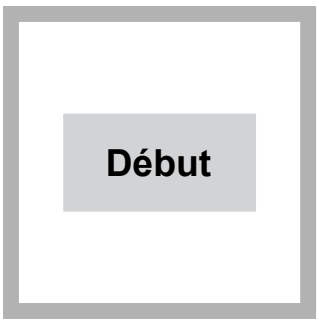
Prise d'échantillons

L'application de bonnes pratiques de prise et de manipulation est importante pour obtenir des résultats corrects. La teneur en oxygène dissous de l'échantillon peut changer en fonction de la profondeur, de la turbulence, de la température, des dépôts de boue, de la lumière, de l'action microbienne, du mélange, du temps de trajet et d'autres facteurs. Une analyse isolée d'oxygène dissous reflète rarement l'état exact d'une étendue d'eau. Plusieurs échantillons pris à différents moments, différents endroits et différentes profondeurs sont recommandés pour des résultats plus fiables.

Lors de la prise d'échantillons, il est avant tout important d'éviter leur contamination par de l'oxygène atmosphérique.

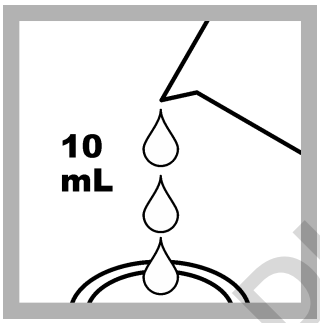
- Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise, même si les erreurs imputables à une attente de plusieurs heures sont très faibles pour les ampoules avec bouchon. L'absorbance se réduit d'environ 3 % pendant la première heure et ne changera pas de façon significative par la suite.
- Vous devez reboucher l'ampoule avant de la retirer de l'échantillon.

Procédure avec ampoule AccuVac®

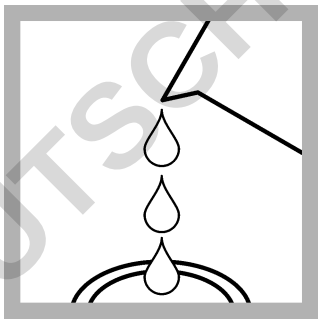


1. Lancez le programme **445 Oxygen, Dis HR AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

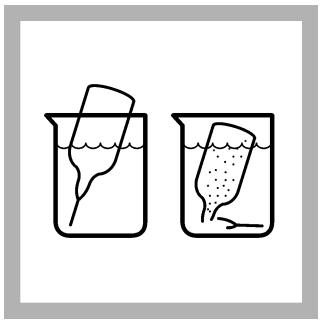
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

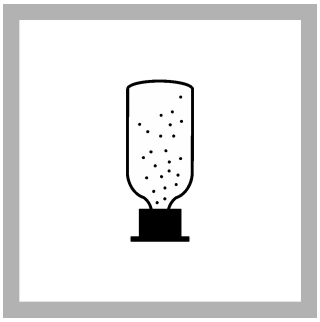


3. Remplissez un bouchon bleu d'ampoule avec de l'échantillon.

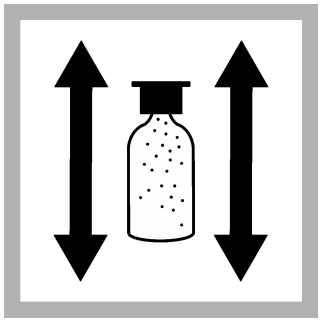


4. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



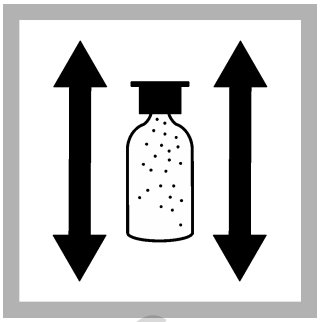
5. Maintenez l'ampoule AccuVac pointe vers le bas. Placez immédiatement le bouchon sur la pointe. Ce dernier évite toute contamination par l'oxygène contenu dans l'atmosphère.



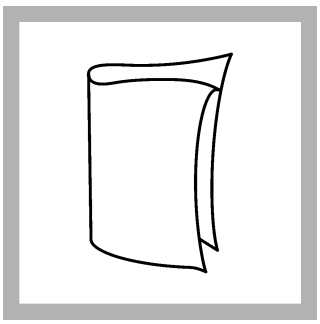
6. Agitez l'ampoule AccuVac pendant 30 secondes.
Les résultats ne sont pas affectés si une petite partie du réactif n'est pas dissoute.



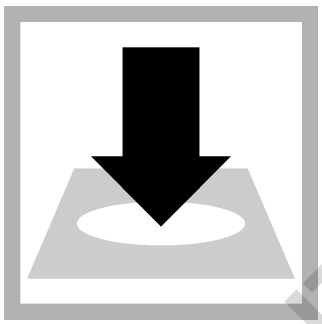
7. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence. L'oxygène qui s'est dégazé pendant l'aspiration se dissout à nouveau et réagit.



8. A la fin de la minuterie, agitez l'ampoule pendant 30 secondes.
Laissez toutes les bulles se dissiper avant l'étape suivante.



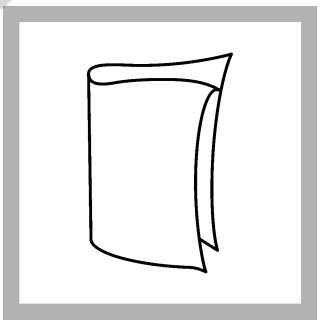
9. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



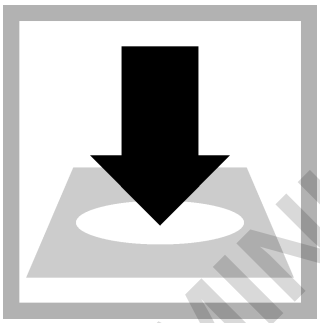
10. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l O_2.



12. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



13. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l O_2.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Cr^{3+}	Au-dessus de 10 mg/l
Cu^{2+}	Au-dessus de 10 mg/l
Fe^{2+}	Au-dessus de 10 mg/l
Mg^{2+}	Le magnésium provoque une interférence négative dans l'eau de mer. Si l'échantillon contient plus de 50 % d'eau de mer, la concentration d'oxygène obtenue par cette méthode sera inférieure de 25 % à la véritable concentration d'oxygène. Si l'échantillon contient moins de 50 % d'eau de mer, l'interférence sera inférieure à 5 %.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Mn^{2+}	Au-dessus de 10 mg/l
Ni^{2+}	Au-dessus de 10 mg/l
NO_2^-	Au-dessus de 10 mg/l

Vérification de l'exactitude

Méthode comparative

Pour valider les résultats de l'analyse, mesurez la concentration du même échantillon avec un instrument de mesure de l'oxygène dissous ou avec une méthode titrimétrique.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
445	6,7 mg/l O_2	6,2 à 7,3 mg/l O_2	0,09 mg/l O_2

Résumé de la méthode

L'ampoule AccuVac d'oxygène dissous en gamme haute contient du réactif scellé sous vide dans une ampoule en verre. Si vous ouvrez l'ampoule AccuVac dans un échantillon contenant de l'oxygène dissous, la solution forme une couleur jaune qui vire au violet. L'intensité du violet est proportionnelle à la concentration d'oxygène dissous. La longueur d'onde de mesure est de 535 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Ampoule AccuVac® d'oxygène dissous, gamme haute	1	Lot de 25	2515025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, polypropylène, 50 ml, forme basse	1	1	108041

Réactifs, accessoires et instruments de mesure en option

Description	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac®	1	2405200
Préleveur d'échantillon AccuVac®	1	2405100
Ampoules AccuVac® pour blancs d'échantillon	Lot de 25	2677925
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	Lot de 6	173106
Bouchon pour tube de 18 mm	Lot de 25	173125

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Demande en oxygène, chimique

DOC316.53.01101

Manganèse III - Méthode Minéralisation avec réacteur (et suppression du chlorure)

Méthode 10067

30 à 1 000 mg/l DCO Mn

Tubes Test 'N Tube™

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.

Pour déterminer si l'échantillon contient du chlorure, utilisez les bandelettes de titrateur Quantab® pour le chlorure en gamme basse.

Si l'échantillon de DCO risque de dépasser 1 000 mg/l, diluez l'échantillon. Reportez-vous à la section Facteurs de multiplication pour les dilutions d'échantillon à la page 6.

Faites un dosage à blanc pour chaque groupe d'échantillons. Effectuez toutes les analyses (échantillons et blancs) avec le même lot de tubes. Le numéro de lot figure sur l'étiquette du récipient.

Le tube de blanc de réactif peut être utilisé pour plusieurs analyses. Remplissez un tube pour DCO propre avec de l'eau désionisée et utilisez ce tube pour régler le zéro de l'appareil. Mesurez ensuite l'absorbance du tube de blanc de réactif. La valeur d'absorbance doit être d'environ 1,41 à 1,47. Préparez un nouveau tube de blanc de réactif lorsque l'absorbance est hors de cette gamme.

Pour oxyder les composés organiques résistants, la minéralisation des échantillons peut être portée à quatre heures. La minéralisation du blanc doit se faire à durée égale.

Assurez-vous que le disque du filtre n'est pas au centre du tube pendant les étapes de mise à zéro et de mesure. Assurez-vous que le disque du filtre fait plus de 20 mm (0,8 pouce) ou moins de 10 mm (0,4 pouce) à partir du fond du tube. Si nécessaire, déplacez le disque du filtre en faisant tourner doucement le tube ou en le tapant légèrement sur une table.

La cartouche d'élimination de chlorure ne doit être utilisée qu'une seule fois.

Si l'échantillon bout pendant la minéralisation, le tube n'est pas scellé hermétiquement. Les résultats de l'analyse ne seront pas valides.

Tout réactif renversé nuit à l'exactitude de l'analyse et est dangereux. N'analysez pas les tubes présentant des fuites.
La gamme maximale de la jauge du dispositif de prétraitement sous vide est de 40 pouces d'eau ; elle n'indique pas le niveau maximal de vide obtenu. Le niveau de vide maximal est de 20–25 pouces de mercure. Ceci peut être vérifié sur la pompe à vide avec une jauge étalonnée en pouces de mercure.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Mélangeur	1
Réacteur DRB200	1
Forceps extra-fin	1
Ecran protecteur de la lumière et adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Tubes de réactifs manganèse III pour DCO, 20 à 1 000 mg/l DCO	1
Pipette, TenSette, 0,1 à 1,0 ml, avec embouts de pipette	1
Pipette, TenSette, 10,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Acide sulfurique ACS, concentré	1 ml
Portoir de tubes à essai	1
Dispositif de prétraitement sous vide	1
Pompe à vide	1
Tube en verre, pour échantillon et acide	2
Eau désionisée	varie

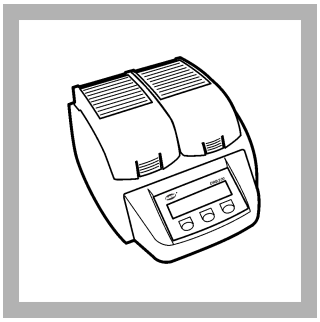
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

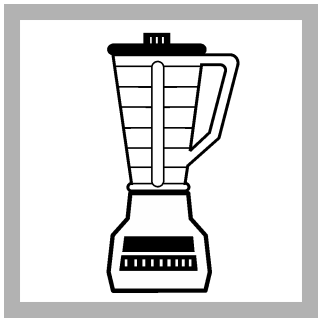
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Utilisez des flacons en plastique uniquement s'ils sont exempts de toute contamination organique.
- Analysez les échantillons biologiquement actifs dès que possible.
- Homogénéisez les échantillons qui contiennent des solides pour obtenir un échantillon représentatif.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons entre 2 et 6 °C (36-43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Préparation d'échantillon acidifié

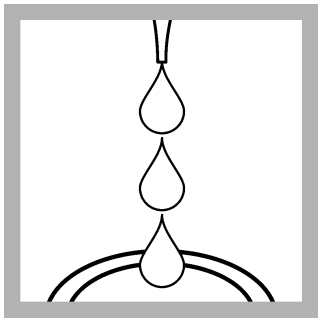


1. Mettez le réacteur DRB200 sous tension. Préchauffez à 150 °C ou sélectionnez le programme DCO.

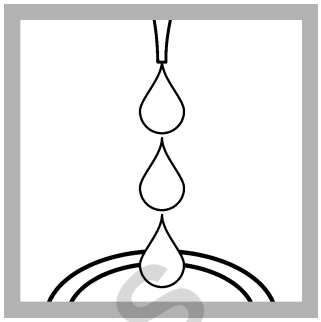


2. Placez 100 ml d'échantillon dans un mélangeur. Mélangez pendant 30 secondes ou jusqu'à obtention d'une texture homogène.

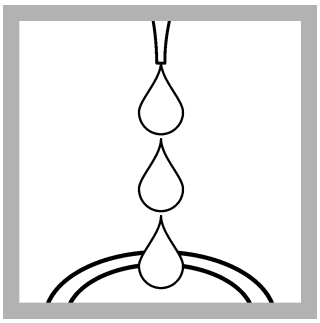
En cas de particules en suspension, continuez à mélanger l'échantillon pendant son transfert dans la cuve de mélange pour l'échantillon préparé.



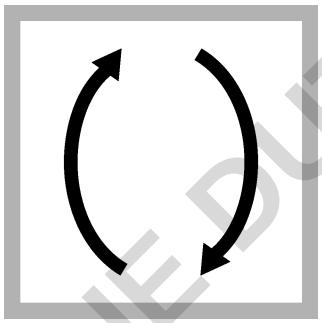
3. Préparation du blanc : utilisez une pipette pour ajouter 9,0 ml d'eau désionisée dans une cuve de mélange en verre.



4. Préparation de l'échantillon : utilisez une pipette pour ajouter 9,0 ml d'échantillon homogénéisé dans une deuxième cuve de mélange en verre.



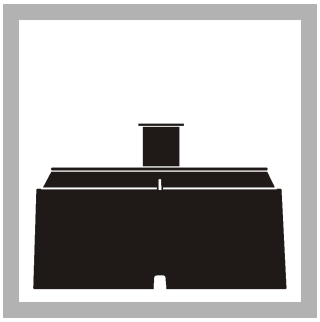
5. Utilisez une pipette ou un distributeur pour ajouter 1,0 ml d'acide sulfurique concentré dans les deux cuves de mélange.



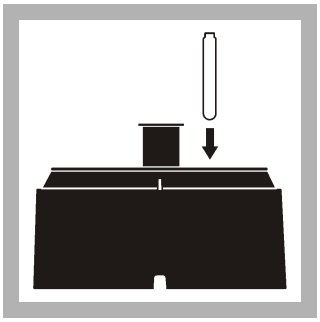
6. Fermez hermétiquement les cuves de mélange. Retournez-les plusieurs fois. Les cuves chauffent pendant le mélange. Laissez les cuves refroidir à température ambiante. Reportez-vous à la section Procédure de prétraitement sous vide à la page 4.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

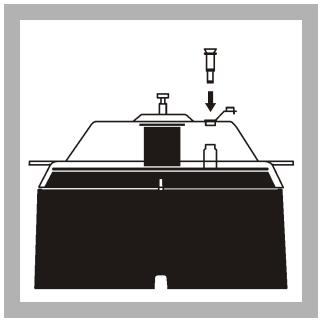
Procédure de prétraitement sous vide



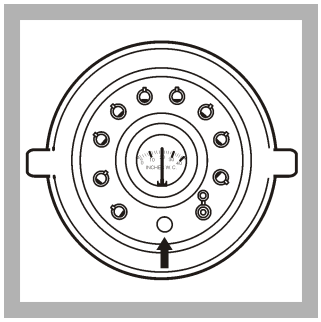
1. Montez le dispositif de prétraitement sous vide sur une pompe à vide capable de générer un vide de 20 à 25 pouces de mercure. N'utilisez pas une pompe à vide de type trompe.



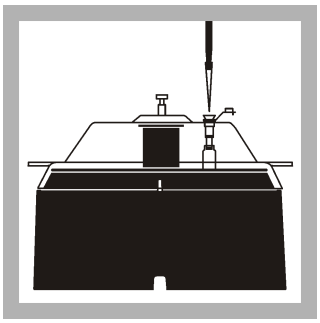
2. Identifiez tous les tubes. Insérez les tubes DCO Mn III dans les ouvertures numérotées, dans la base du dispositif de prétraitement sous vide. Enlevez les bouchons des tubes.



3. Posez le dispositif de prétraitement sous vide sur la base. Insérez une nouvelle cartouche de suppression de chlorure directement au-dessus de chaque tube de réactif pour DCO Mn III. Assurez-vous que toutes les ouvertures du dispositif de prétraitement sous vide sont obturées avec les bouchons fournis.

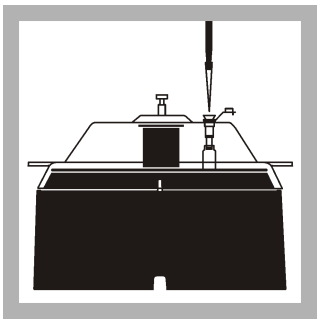


4. Mettez la pompe à vide en marche. Réglez la valve du régulateur de vide située sur le dessus du dispositif de prétraitement sous vide jusqu'à ce que la jauge interne indique 20 pouces d'eau.

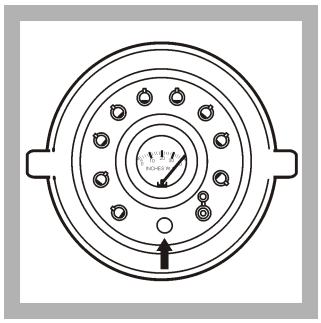


5. Préparation du blanc : utilisez une pipette pour ajouter 0,60 ml de blanc acidifié dans la cartouche de suppression de chlorure. L'écoulement du liquide au travers de la cartouche de suppression de chlorure dans le tube nécessite environ 30 à 45 secondes.

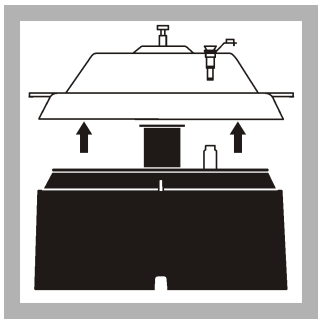
Remarque : *si le liquide ne traverse pas la cartouche de suppression de chlorure, augmentez le vide jusqu'à ce que le flux commence, puis ramenez le vide à 20 pouces d'eau.*



6. Préparation de l'échantillon : utilisez une pipette pour ajouter 0,60 ml de chaque échantillon acidifié dans la cartouche de suppression de chlorure.

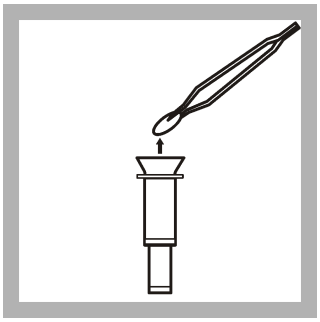


7. Fermez complètement la valve du régulateur pour obtenir un vide complet. Après une minute de vide complet, déplacez le dispositif de prétraitement sous vide d'avant en arrière plusieurs fois pour éliminer les gouttes qui subsistent sur la cartouche d'élimination de chlorure.

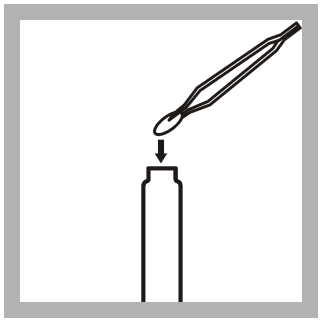


8. Ouvrez le régulateur du dispositif de prétraitement sous vide pour casser le vide. Arrêtez la pompe. Enlevez la partie supérieure du dispositif de prétraitement sous vide et mettez-la de côté. Mettez au rebut les cartouches de suppression de chlorure utilisées.
Reportez-vous à la section Préparation et mesure d'échantillon à la page 5.

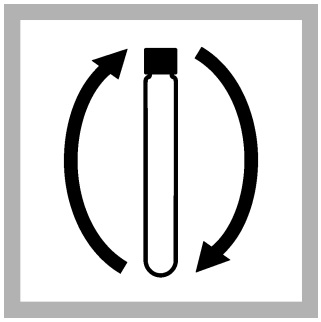
Préparation et mesure d'échantillon



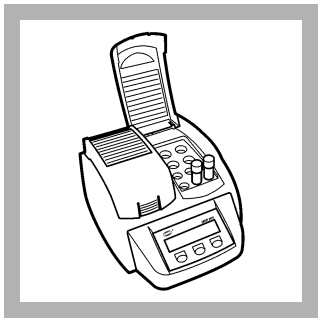
1. Utilisez des forceps pour enlever le filtre de la partie supérieure de la cartouche de suppression de chlorure. Si l'échantillon ne comporte pas de particules en suspension, il est inutile de transférer le filtre sur le tube de minéralisation.



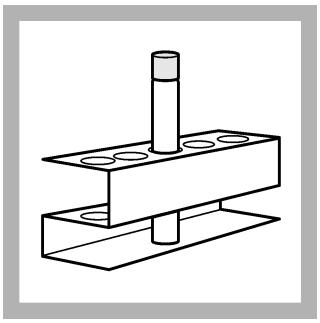
2. Insérez chaque filtre dans le tube DCO Mn III correspondant. Utilisez les numéros figurant sur le dispositif de prétraitement sous vide comme référence. Utilisez une serviette propre ou de l'eau désionisée pour nettoyer les forceps entre chaque manipulation d'échantillons.



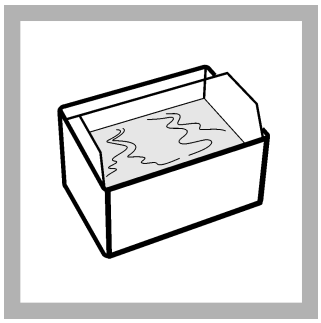
3. Enlevez le tube DCO Mn III de la chambre à vide. Remettez les bouchons d'origine et fermez hermétiquement. Retournez les tubes plusieurs fois pour les mélanger.



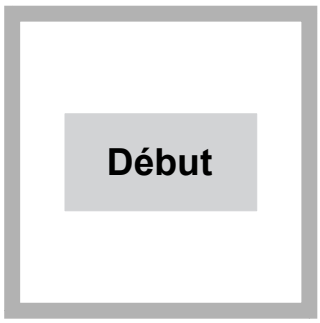
4. Placez les tubes dans le réacteur DRB200 à 150 °C et fermez le couvercle. Minéralisez les échantillons pendant une heure.



5. A la fin de l'heure, retirez les tubes du DRB200. Laissez les tubes refroidir sur un portoir pendant deux minutes.
Si la solution présente une couche supérieure incolore et une couche inférieure violette, retournez les tubes plusieurs fois pour en mélanger le contenu.

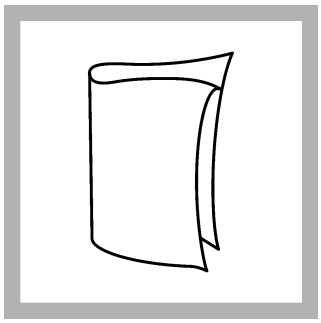


6. Laissez les tubes refroidir à température ambiante dans un bain d'eau froide ou placez-les sous l'eau du robinet pendant plusieurs minutes.

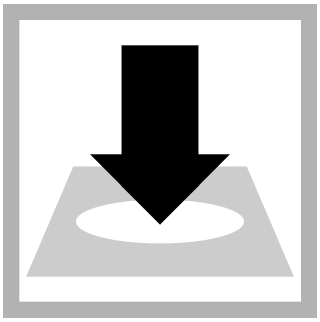


7. Lancez le programme **432 COD Mn III**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

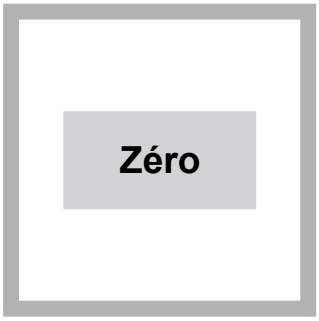
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



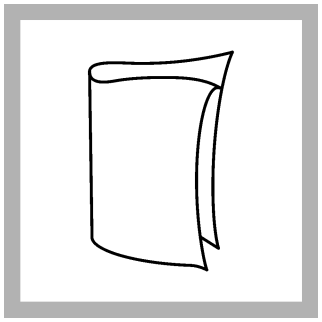
8. Nettoyez le tube de blanc.



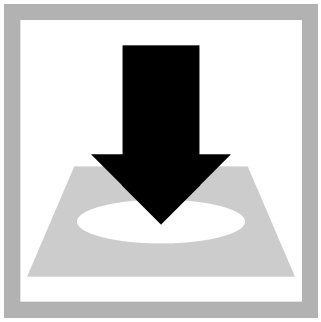
9. Insérez le tube de blanc dans le porte-cuve de 16 mm. Assurez-vous que le disque du filtre ne bloque pas le faisceau lumineux de l'appareil. Reportez-vous à la section Avant de commencer à la page 1.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l DCO Mn.



11. Nettoyez le tube d'échantillon.



12. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm. Assurez-vous que le disque du filtre ne bloque pas le faisceau lumineux de l'appareil. Reportez-vous à la section Avant de commencer à la page 1.



13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l DCO Mn.

Facteurs de multiplication pour les dilutions d'échantillon

Si l'échantillon de DCO risque de dépasser 1 000 mg/l, diluez l'échantillon comme indiqué dans le Tableau 2. Pour les dilutions non indiquées, ajoutez le volume d'échantillon et l'eau désionisée, puis divisez ceci par le volume de l'échantillon pour obtenir le facteur de multiplication. Toutes les dilutions nécessitent que le rapport entre l'échantillon et l'acide sulfurique reste de 9 pour 1.

Remarque : *Le mélange d'acide sulfurique concentré et d'eau n'est pas additif. L'ajout de 1,0 ml d'acide sulfurique concentré dans 9,0 ml d'échantillon ne résulte pas en un volume final de 10,0 ml. Ce facteur est pris en compte par la courbe d'étalonnage.*

Tableau 2 Facteurs de multiplication

Echantillon (ml)	Eau désionisée (ml)	Gamme (mg/l DCO)	Facteur de multiplication
6,0	3,0	30–1 500	1,5
3,0	6,0	60–3 000	3
1,0	8,0	180–9 000	9
0,5	8,5	360–18 000	18

Pour des résultats optimaux, utilisez au minimum un échantillon de 0,5 ml pour la dilution. Si les valeurs de l'échantillon dépassent 18 000 mg/l DCO, utilisez une autre dilution d'échantillon, puis amorcez la procédure de retrait du chlorure de l'échantillon.

Exemple : diluez l'échantillon en fonction d'une gamme de 90 à 4 500 mg/l DCO.

Volume de l'échantillon (2,0 ml) + eau désionisée (7,0 ml) = Volume total (9,0 ml)

Facteur de multiplication = (volume total)/(volume échantillon) = 9,0 ml/2,0 ml = 4,5

La gamme d'analyse standard va de 50 à 1 000 mg/l DCO.

Exemple de gamme d'analyse = 4,5(50) à 4,5(1 000) = 225 à 4 500 mg/l DCO

Interférences

Les matériaux inorganiques peuvent également être oxydés par le manganèse trivalent et créer une interférence positive s'ils présentent des concentrations significatives. Le chlorure est la source d'interférence la plus commune et le prétraitement de l'échantillon avec une cartouche d'élimination du chlorure permet de l'écarter. Reportez-vous à la procédure Demande chimique en oxygène qui utilise la méthode par minéralisation par réacteur, manganèse III (avec élimination du chlorure). Si vous savez que le chlorure est absent ou présent en concentrations insignifiantes, le prétraitement est inutile. La méthode la plus simple pour déterminer si le chlorure a un impact sur les résultats de l'analyse consiste à prélever régulièrement des échantillons avec et sans élimination du chlorure, puis à comparer les résultats.

Les autres interférences inorganiques (p. ex., nitrite, fer ferreux, sulfure) ne sont généralement pas présentes en quantités significatives. Si nécessaire, déterminez les concentrations de ces interférences avec des méthodes distinctes, puis ajustez les résultats de l'analyse finale de DCO en conséquence.

L'azote ammoniacal interfère en présence de chlorure. En revanche, il n'interfère pas en son absence.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- solution étalon pour DCO, 800 mg/l (utilisez 0,60 ml en remplacement de l'échantillon)

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
432	600 mg/l DCO	576–624 mg/l DCO	8 mg/l DCO

Limite de détection estimée

La limite de détection estimée du programme 432 est de 4 mg/l DCO. La limite de détection estimée correspond au calcul de la concentration moyenne la plus faible dans une matrice d'eau désionisée différente de zéro, avec un niveau de confiance de 99 %.

Résumé de la méthode

La demande chimique en oxygène (DCO) est définie en tant que mesure de l'équivalent en oxygène des matières organiques d'un échantillon susceptibles d'être oxydées par un oxydant chimique puissant (APHA Standard Methods, 19e éd., 1995). Le manganèse trivalent est un oxydant chimique puissant et non cancérigène qui vire du violet à

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

l'incolore lors des réactions avec les matières organiques, l'intensité de ce changement dépend des quantités présentes. Il oxyde en général 80 % des composés organiques. Des études ont démontré que les réactions sont fortement reproductibles et que les résultats des analyses présentent une corrélation étroite avec les valeurs de demande biochimique en oxygène (DBO) et les analyses de DCO avec le chrome hexavalent. Aucune des analyses de demande en oxygène n'assure une oxydation à 100 % de tous les composés organiques.

L'étalonnage repose sur l'oxydation de l'hydrogénophtalate de potassium (KHP). L'analyse de différentes eaux résiduaires peut produire des retours différents. L'étalonnage du KHP est adapté à la plupart des applications. Le plus haut degré d'exactitude est obtenu lorsque les résultats sont corrélés avec une méthode de référence comme la DBO ou l'une des méthodes de DCO pour le chrome. Des types d'effluents spéciaux peuvent nécessiter un étalonnage particulier pour obtenir une mesure directement en mg/l de DCO ou pour générer un facteur de correction pour la réponse précalibrée sur le KHP. Le temps de minéralisation de l'échantillon peut être étendu jusqu'à 4 heures pour les échantillons qui sont difficiles à oxyder. Les résultats de l'analyse sont mesurés à 510 nm sur les spectrophotomètres et 520 nm sur les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Tubes de réactif DCO pour manganèse III	1	Lot de 25	2623425
Cartouche de suppression de chlorure	1	Lot de 25	2661825
Acide sulfurique, concentré, ACS	75 ml	2,5 l	97909
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Mélangeur, 2 vitesses, 120 V c.a.	1	1	2616100
Bouchon, avec revêtement inerte en Teflon, pour flacon mélangeur	varie	Lot de 12	2401812
Cuve pour mélange	2	1	2427700
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Forceps, point extra-fin	1	1	2669600
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100
Dispositif de prétraitement sous vide (DPV)	1	1	4900000
Pompe à vide, 1,2 CFM 115 V	1	1	2824800

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon pour DCO, 800 mg/l	200 ml	2672629
Etalon de demande en oxygène (DBO, DCO, COT), ampoules de 10 ml	Lot de 16	2833510
Hydrogénophtalate de potassium (KHP), ACS	500 g	31534
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Distributeur automatique, 1,0 à 5,0 ml	1	2563137
Bandes de titrage, Quantab®, pour le chlorure en gamme basse	40 analyses	2744940
Protections des doigts	Lot de 2	1464702
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Solution étalon pour DCO, 300 mg/l	200 ml	1218629
Solution étalon pour DCO, 300 mg/l	500 ml	1218649
Solution étalon de DCO, 1 000 mg/l	200 ml	2253929
Manuel des méthodes de référence, version la plus à jour	1	2270800
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Demande en oxygène, chimique

DOC316.53.01099

USEPA[1] - Méthode Minéralisation avec réacteur [2] — Méthode 8 000

0,7 à 40,0[3] mg/l pour la DCO (gamme ultra-basse) ; 3 à 150 mg/l pour la DCO (gamme basse) ; 20 à 1 500 mg/l pour la DCO (gamme haute) ; 200 à 15 000 mg/l pour la DCO (gamme haute Plus)

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires. La minéralisation est requise.

[1] Les gammes de 3 à 150 mg/l et 20 à 1 500 mg/l pour la DCO sont agréées par l'USEPA dans le cadre des analyses d'eaux résiduaires (Standard Method 5220 D), Federal Register, 21 avril 1980, 45(78), 26811-26812.
[2] Jirka, A.M.; Carter, M.J., Analytical Chemistry, 1975, 47(8), 1397.
[3] La gamme ultra-basse est uniquement accessible avec des spectrophotomètres capables de mesurer à une longueur d'onde de 350 nm.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Le réactif intervenant dans cette analyse est corrosif et toxique. Utilisez des équipements de protection pour la peau et les yeux et tenez-vous prêt à nettoyer les débordements à l'eau courante.
Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du mercure. Prenez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Faites un dosage à blanc pour chaque groupe d'échantillons. Effectuez toutes les analyses (échantillons et blancs) avec le même lot de tubes. Le numéro de lot figure sur l'étiquette du récipient. Reportez-vous à la section Blancs pour la détermination colorimétrique à la page 5.
Rangez les tubes photosensibles non utilisés dans une boîte fermée.

Si les échantillons présentent de fortes concentrations de chlorure, reportez-vous à la section Autres réactifs.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Bécher, 250 ml	1
Mélangeur	1
Tubes de réactifs de minéralisation DCO	varie
Réacteur DRB200	1
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Agitateur magnétique et barre d'agitation	1
Conteneur opaque d'expédition pour le stockage des tubes de réactifs photosensibles non utilisés	varie
Pipette, TenSette, 0,1 à 1,0 ml, avec embouts (pour utilisation avec la gamme 200 à 15 000 mg/l)	1
Pipette, jaugée, 2,00 ml	2
Pro-pipette	1
Portoir de tubes à essai	2

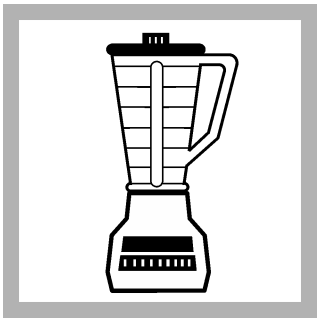
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre propres. Utilisez des flacons en plastique uniquement s'ils sont exempts de toute contamination organique.
- Analysez les échantillons biologiquement actifs dès que possible.
- Homogénéisez les échantillons qui contiennent des solides pour obtenir un échantillon représentatif.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons entre 2 et 6 °C (36-43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

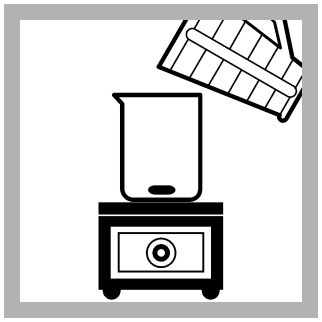
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure de minéralisation par réacteur

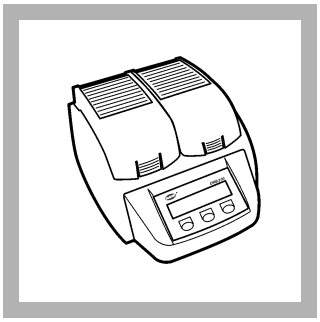


1. Placez 100 ml d'échantillon dans un mélangeur. Mélangez pendant 30 secondes ou jusqu'à obtention d'une texture homogène.

Pour les échantillons avec de fortes quantités de particules, augmentez le temps d'homogénéisation. En revanche, si l'échantillon ne contient pas de particules en suspension, passez à l'étape 3.

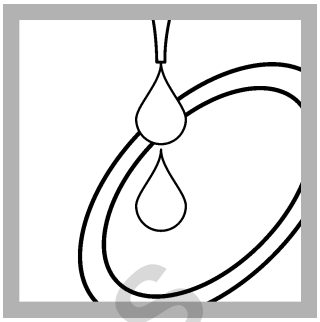


2. Pour la gamme de 200–15 000 mg/l ou pour améliorer la précision et la reproductibilité des autres gammes, versez l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250 ml et agitez doucement avec une plaque d'agitation magnétique.



3. Mettez le réacteur DRB200 sous tension. Faites-le préchauffer à 150 °C.

Reportez-vous au manuel de l'utilisateur du DRB200 pour plus de détails sur la programmation de la température.



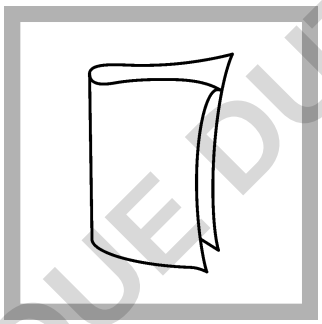
4. Préparation de l'échantillon : débouchez un tube correspondant à la gamme sélectionnée. Tenez le tube à un angle de 45 degrés. Utilisez une pipette propre pour ajouter 2,00 ml d'échantillon dans le tube.

Pour les tubes de 250 à 15 000 mg/l : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,20 ml d'échantillon dans le tube.

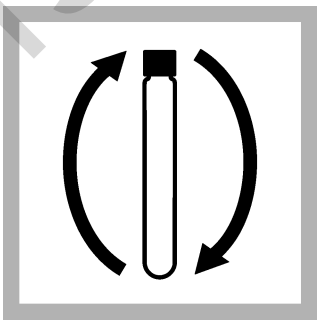


5. Préparation du blanc : enlevez le bouchon d'un deuxième tube pour la gamme sélectionnée. Tenez le tube à un angle de 45 degrés. Utilisez une pipette propre pour ajouter 2,00 ml d'eau désionisée dans le tube.

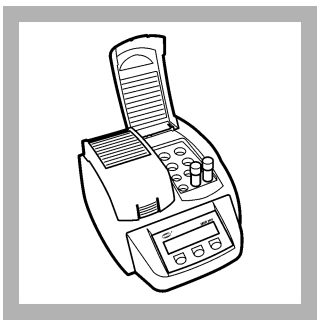
Pour les tubes de 250 à 15 000 mg/l : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,20 ml d'eau désionisée dans le tube.



6. Fermez les tubes hermétiquement. Rincez les tubes à l'eau et essuyez-les avec une serviette en papier propre.

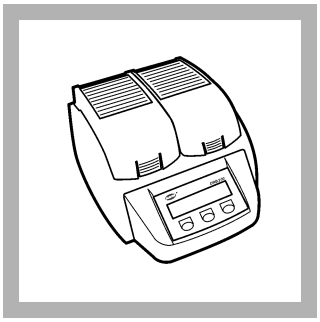


7. Tenez les tubes par le bouchon, au-dessus de l'évier. Retournez-les doucement plusieurs fois pour mélanger le contenu. **Les tubes deviennent très chauds pendant le mélange.**

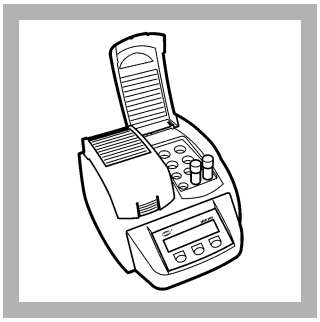


8. Placez les tubes dans le réacteur DRB200 préchauffé. Fermez le couvercle.

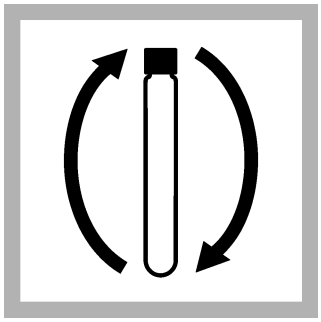
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



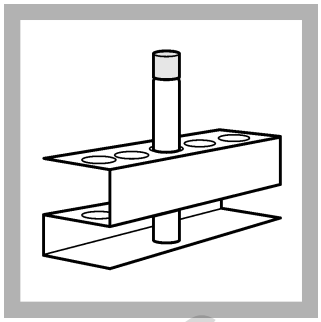
9. Faites chauffer les tubes pendant 2 heures.



10. Arrêtez le réacteur. Laissez les tubes refroidir dans le réacteur pendant environ 20 minutes jusqu'à ce qu'ils reviennent à au moins 120 °C.

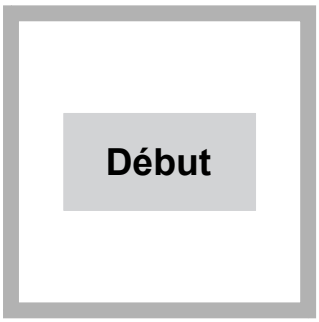


11. Retournez les tubes plusieurs fois tant qu'ils sont chauds.



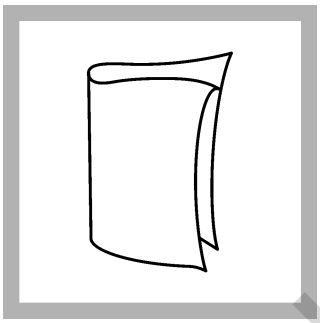
12. Placez les tubes sur un portoir et laissez-les revenir à la température ambiante.

Procédure colorimétrique

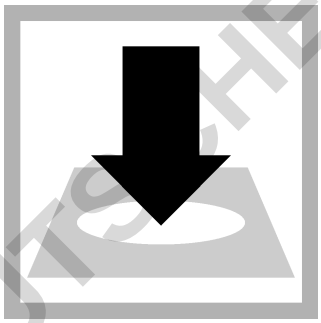


1. Lancez le programme **431 COD ULR**, **430 COD LR** ou **435 COD HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

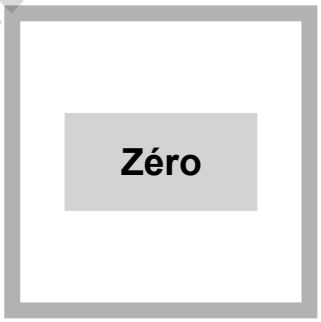
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

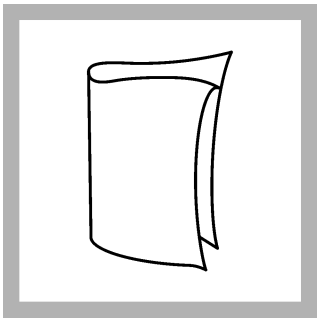


3. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

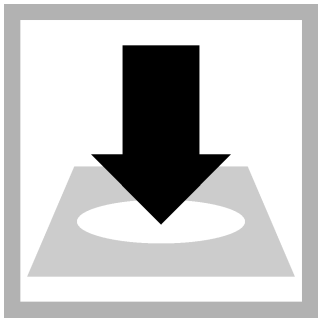


4. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 ou 0,0 mg/l DCO.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



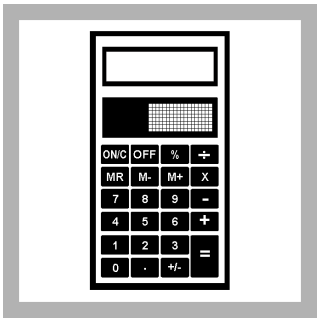
5. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



6. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



7. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l DCO.



8. Si vous utilisez des tubes de réactif de minéralisation DCO en gamme haute Plus, multipliez le résultat par 10. Pour obtenir des résultats optimaux avec des échantillons près de 1 500 ou 15 000 mg/l DCO, répétez l'analyse avec un échantillon dilué.

Blancs pour la détermination colorimétrique

Le tube de blanc peut être utilisé à nouveau plusieurs fois pour les mesures qui portent sur le même lot de tubes de réactifs. Mesurez l'absorbance du tube de blanc dans le temps et préparez un nouveau tube de blanc lorsque l'absorbance change.

1. Placez l'instrument en mode d'absorbance à la longueur d'onde nécessaire. Reportez-vous à la section Tableau 3 à la page 8.
2. Ajoutez 5 ml d'eau désionisée dans un tube vide.
3. Placez le tube dans l'appareil et réglez le zéro de ce dernier.
4. Placez le tube de blanc qui est utilisé pour la procédure d'analyse dans l'appareil et enregistrez la valeur d'absorbance.
5. Conservez le tube de blanc à l'abri de la lumière.
6. Préparez un nouveau blanc lorsque l'absorbance a changé d'environ 0,01 unité d'absorbance.

Interférences

Le chlorure est la principale source d'interférence au cours de cette procédure d'analyse. Chaque tube de DCO contient du sulfate de mercure qui élimine l'interférence du chlorure au niveau spécifié dans la colonne 1 du Tableau 2. Diluez les échantillons qui ont des concentrations supérieures de chlorure au niveau donné dans la colonne 2.

Remarque : *pour de meilleurs résultats, utilisez les tubes pour gammes basses et ultra-basses pour les échantillons qui présentent de fortes concentrations de chlorure (près de la concentration maximale) et de faibles concentrations de DCO.*

Si la dilution de l'échantillon résulte en une concentration de DCO trop faible pour une mesure exacte, ajoutez 0,50 g de sulfate de mercure ($HgSO_4$) dans chaque tube de DCO avant l'ajout de l'échantillon. Le sulfate de mercure supplémentaire augmente la concentration maximale de chlorure au niveau donné dans la colonne 3.

Remarque : *En revanche, il n'élimine pas l'interférence du bromure.*

Tableau 2 Limites de concentration du chlorure dans l'échantillon

Gamme du tube	Colonne 1 (maximum de mg/l Cl^-)	Colonne 2 (mg/l Cl^- pour les échantillons dilués)	Colonne 3 (maximum mg/l Cl^- avec sulfate de mercure)
Gamme ultra-basse[1] (0,7 à 40,0 mg/l)	2 000	1 000	S/O
Gamme basse (3 à 150 mg/l)	2 000	1 000	8 000
Gamme haute (20 à 1 500 mg/l)	2 000	1 000	4 000
Gamme haute Plus (200 à 15 000 mg/l)	20 000	10 000	40 000

[1] La gamme ultra-basse est uniquement accessible avec des spectrophotomètres capables de mesurer à une longueur d'onde de 350 nm.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Eléments à préparer :

- Solution étalon à 1 000 mg/l de DCO
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipettes jaugées, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée
- Hydrogénophtalate de potassium (KHP), séché une nuit à 120 °C (gamme haute Plus uniquement)

0,7 à 40,0 mg/l en gamme ultra-basse

1. Préparez une solution étalon à 30 mg/l de DCO de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 3,00 ml de la solution étalon à 1 000 mg/l dans un flacon jaugé de 100 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien.
2. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.
   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

3 à 150 mg/l en gamme basse

1. Préparez une solution étalon à 100 mg/l de DCO de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 10 ml de la solution étalon à 1 000 mg/l dans un flacon jaugé de 100 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien.
2. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.
   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

20 à 1 500 mg/l en gamme haute

1. Appliquez la procédure d'analyse avec une solution étalon à 300, 800 ou 1 000 mg/l de DCO pour en mesurer la concentration.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.
   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

200 à 15 000 mg/l en gamme haute Plus

1. Préparez une solution étalon à 10 000 mg/l de DCO de la façon suivante :
   a. Dissolvez 8,500 g d'hydrogénophtalate de potassium anhydre dans 1 000 ml d'eau désionisée sans composés organiques.
2. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.
   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Autres réactifs

Les réactifs COD2 sans mercure permettent d'effectuer des analyses sans mercure. Ces réactifs sont parfaitement compatibles avec les procédures d'analyse et les programmes enregistrés dans les appareils. Il est recommandé de réaliser des déterminations de chlorure et d'ammoniaque pour obtenir des résultats précis.

AVIS

Les réactifs COD2 ne sont pas agréés pour la génération de rapports USEPA. Dans la mesure où les réactifs COD2 n'utilisent pas de mercure comme agent de masquage, ils présentent une interférence positive du chlorure. Davantage d'informations sont mises à disposition avec chaque application spécifique.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
431 (gamme ultra-basse)	30 mg/l DCO	28,8–31,2 mg/l DCO	0,5 mg/l DCO
430 (gamme basse)	80 mg/l DCO	77–83 mg/l DCO	3 mg/l DCO
435 (gamme haute)	800 mg/l DCO	785–815 mg/l DCO	23 mg/l DCO
435 (gamme haute Plus)	8 000 mg/l DCO	7 850–8 150 mg/l DCO	230 mg/l DCO

Résumé de la méthode

Les résultats de la DCO en mg/l se définissent comme la quantité en mg d'O_2 consommée par litre d'échantillon dans les conditions de cette procédure. L'échantillon est chauffé pendant 2 heures avec de l'acide sulfurique et un agent oxydant puissant, le dichromate de potassium. Les composés organiques oxydables réagissent, réduisant l'ion de dichromate ($Cr_2O_7^{2-}$) en ion chromique vert (Cr^{3+}).

Lorsque la méthode colorimétrique 0,7–40,0 ou 3–150 mg/l est utilisée, la quantité de Cr^{6+} restant est mesurée. Lorsque la méthode colorimétrique 20–1 500 mg/l ou 200–15 000 mg/l est utilisée, la quantité de Cr^{3+} produite est mesurée. Le réactif pour DCO contient également des ions d'argent et de mercure. L'argent est un catalyseur et le mercure sert à complexer les interférences des chlorure.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Les résultats de l'analyse sont mesurés aux longueurs d'onde spécifiées dans le Tableau 3.

Tableau 3 Longueur d'onde d'analyse en fonction de la gamme

Gamme en mg/l DCO	Longueur d'onde
0,7 à 40,0 mg/l	350 nm (pour les appareils concernés)
3 à 150 mg/l	420 nm
20 à 1 500	620 nm (610 nm pour les colorimètres)
2 000 à 15 000 mg/l	620 nm (610 nm pour les colorimètres)

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du mercure, de l'argent et du chrome, et doivent être mis au rebut en appliquant les procédures relatives aux déchets dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Les utilisateurs travaillant aux Etats-Unis peuvent recourir au service « ez COD Recycling » de mise au rebut des tubes pour DCO. Voir Consommables et éléments de rechange à la page 8.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
DCO, gamme ultra-basse, 0,7 à 40 mg/l	1–2 tubes	Lot de 25	2415825
DCO, gamme basse, 3 à 150 mg/l	1–2 tubes	Lot de 25	2125825
DCO, gamme haute, 20 à 1 500 mg/l	1–2 tubes	Lot de 25	2125925
DCO, gamme haute plus, 200 à 15 000 mg/l	1–2 tubes	Lot de 25	2415925
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Autres réactifs et taille des lots

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
DCO2, gamme basse, 0 à 150 mg/l DCO	1–2 tubes	Lot de 25	2565025
DCO2, gamme haute, 0 à 1 500 mg/l DCO	1–2 tubes	Lot de 25	2565125
DCO2, gamme haute, 0 à 1 500 mg/l DCO	1–2 tubes	Lot de 150	2565115
DCO2, gamme haute plus, 0 à 15 000 mg/l DCO	1–2 tubes	Lot de 25	2834325
DCO, tubes de réactif de minéralisation, 3 à 150 mg/l DCO	1–2 tubes	Lot de 150	2125815
DCO, tubes de réactif de minéralisation, 200 à 1 500 mg/l DCO	1–2 tubes	Lot de 150	2125915
DCO, tubes de réactif de minéralisation, gamme ultra-basse 0,7 à 40,0 mg/l	1–2 tubes	Lot de 150	2415815
DCO, tubes de réactif de minéralisation, gamme haute plus, 200 à 25 000 mg/l	1–2 tubes	Lot de 150	2415915

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Mélangeur, 2 vitesses, 120 V c.a.	1	1	2616100
OU			
Mélangeur, 2 vitesses, 240 V c.a.	1	1	2616102

Accessoires nécessaires (suite)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
OU			
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Pro-pipette	1	1	1465100
Pipette, jaugée, classe A, 2,00 ml	1	1	1451536

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Bécher, 250 ml	1	50046H
Solution étalon pour DCO, 300 mg/l	200 ml	1218629
Solution étalon pour DCO, 300 mg/l	500 ml	1218649
Solution étalon pour DCO, 800 mg/l	200 ml	2672629
Solution étalon de DCO, 1 000 mg/l	200 ml	2253929
Etalon de demande en oxygène (DBO, DCO, COT), ampoules de 10 ml	Lot de 16	2833510
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Hydrogénophtalate de potassium (KHP), ACS	500 g	31534
Barre d'agitation, octogonale	1	2095352
Agitateur, électromagnétique, 120 V c.a., avec support d'électrode	1	4530001
Agitateur, électromagnétique, 230 V c.a., avec support d'électrode	1	4530002
Portoir de tube à essai, acier inoxydable	1	1864100
Racleurs, amovibles	Lot de 70	2096900

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Sulfate de mercure	28 g	191520
Pipette, jaugée, classe A, 3 ml	1	1451503
Pipette, jaugée, classe A, 10 ml	1	1451538
Acide sulfurique, ACS	500 ml	97949
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149
Service de recyclage EZ COD™ avec seau de 5 gallons - possibilité d'expédition postale (Etats-Unis uniquement. Les tailles de 20 et 55 gallons sont également disponibles.)	1	2895405
Service de recyclage EZ COD™ avec seau de 5 gallons - option de collecte. (Etats-Unis uniquement. Les tailles de 20 et 55 gallons sont également disponibles.)	1	2895405P

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Réactifs et accessoires en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Protections des doigts	Lot de 2	1464702
Gants, résistants aux produits chimiques, tailles 9 et 9,5	paire	2410104[1]
Papier, pour pesée, 100 x 100 mm	Lot de 500	1473885
Lunettes de sécurité, avec ouvertures	1	2550700
Mélange d'étalon pour effluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, COT	500 ml	2833249

[1] Autres tailles disponibles

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Réducteurs d'oxygène

DOC316.53.01105

Méthode Réduction au fer **Méthode 8140**

DEHA de 3 à 450 µg/l ; carbohydrazide de 5 à 600 µg/l ; hydroquinone de 9 à 1 000 µg/l ; acide iso-ascorbique (ISA) de 13 à 1 500 µg/l ; méthyléthylcétoxime (MEKO) de 15 à 1 000 µg/l **Sachets de poudre**

Cadre d'application: Pour l'analyse des inhibiteurs de corrosion résiduels (éliminateurs d'oxygène) dans les eaux d'alimentation des chaudières ou les condensats

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
La température de l'échantillon doit être de 25 ± 3 °C (77 ± 5 °F).
Nettoyez tout le matériel en verre avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (50 %), puis rincez soigneusement à l'eau désionisée pour supprimer les contaminants ferreux.
Pour mesurer la concentration de fer ferreux, recommencez la procédure d'analyse sans ajouter de réactif 2 DEHA. Pour soustraire automatiquement la concentration de fer ferreux des résultats d'analyse, utilisez l'option d'ajustement du blanc de réactif. Utilisez la concentration de fer ferreux en tant que valeur du blanc de réactif.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Flacon en verre de mélange, avec repère de 25 ml	2
Sachets de poudre de réactif DEHA 1	2
Solution de réactif DEHA 2	1 ml
Compte-gouttes, repères de 0,5 et 1,0 ml	1
Acide chlorhydrique, au 1/2, 6,0 N	varie
Eau désionisée	25 ml
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

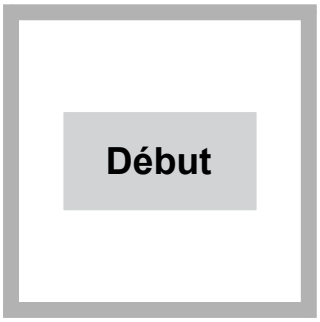
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres et secs avec des bouchons à fermeture hermétique.
- Rincez le récipient plusieurs fois avec de l'échantillon avant la prise.
- Evitez d'agiter le flacon ou de l'exposer à l'air.
- Remplissez complètement le flacon et laissez l'échantillon déborder. Fermez immédiatement le bouchon de façon à ne pas laisser d'air au-dessus de l'échantillon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre



1. Lancez un programme :

- **180 O Scav-Carbohy**
- **181 O Scav-DEHA**
- **182 O Scav-Hydro**
- **183 O Scav-ISA**
- **184 O Scav-MEKO**

Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans de protection contre la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

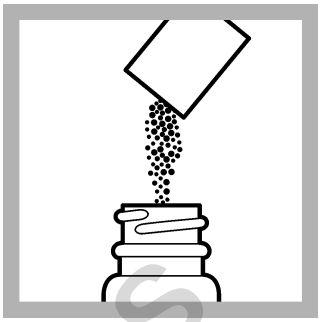
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



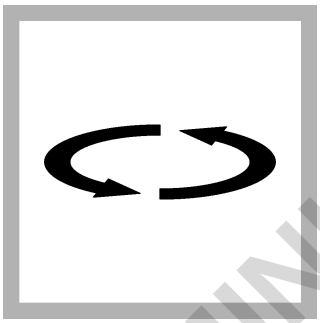
2. Préparation du blanc : remplissez un flacon de mélange avec 25 ml d'eau désionisée.



3. Préparation de l'échantillon : remplissez un second flacon de mélange avec 25 ml d'échantillon.
Pour mesurer les réducteurs d'oxygène qui réagissent rapidement avec l'oxygène à température ambiante, fermez le flacon.



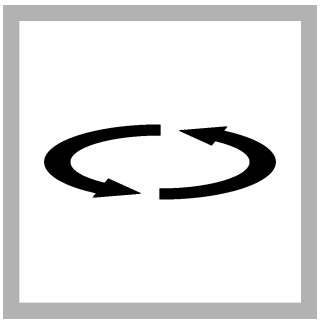
4. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif DEHA 1 dans chaque flacon de mélange.



5. Faites tourner pour mélanger.



6. Utilisez une pipette pour ajouter 0,5 ml de solution de réactif DEHA 2 dans chaque flacon.



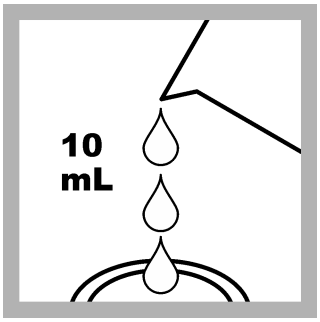
7. Faites tourner pour mélanger.
Placez les deux flacons de mélange dans un endroit sombre. Une couleur violette se développe en présence d'un éliminateur d'oxygène dans l'échantillon.



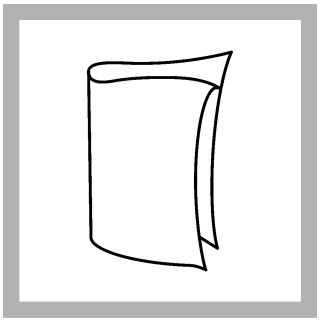
8. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 10 minutes (2 minutes pour l'hydroquinone) commence.

Conservez les flacons de mélange dans un endroit sombre pendant la période de réaction.

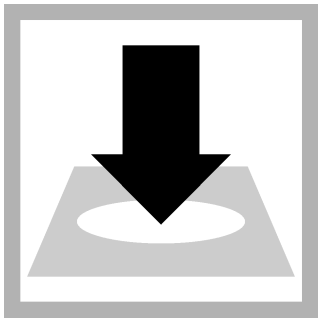
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



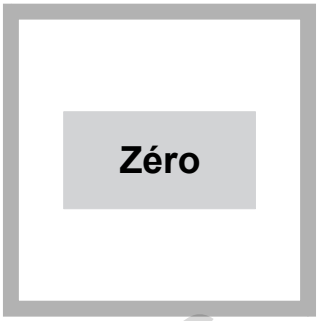
9. Exécutez les étapes suivantes aussi rapidement que possible. A la fin de la minuterie, transférez immédiatement le blanc et les échantillons préparés dans les cuves d'échantillon.



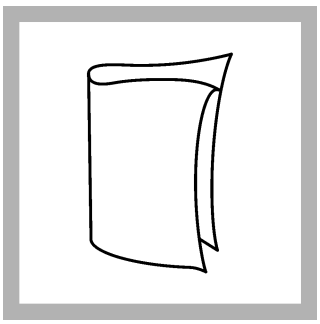
10. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



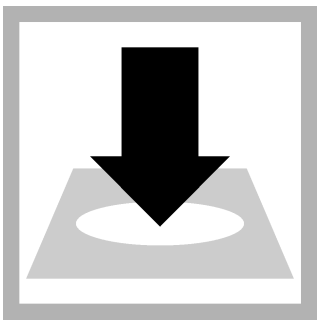
11. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 µg/l. Pour plus de précision, lisez le résultat immédiatement à la fin de la minuterie.



13. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



14. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



15. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en µg/l de l'éliminateur d'oxygène sélectionné.

Interférences

Les substances qui réduisent le fer ferrique provoqueront une interférence positive. Les substances qui complexent fortement le fer peuvent également interférer.

Substance interférente	Niveau d'interférence
Borate (en $Na_2B_4O_7$)	Au-dessus de 500 mg/l
Cobalt	Au-dessus de 0,025 mg/l
Cuivre	Au-dessus de 8,0 mg/l
Fer ferreux	Tous les niveaux. Faites les mesures et soustrayez-les (reportez-vous à la section Avant de commencer à la page 1)
Dureté (en $CaCO_3$)	Au-dessus de 1 000 mg/l
Lumière	La lumière peut créer une interférence positive. Conservez les cuves d'échantillon dans le noir pendant le développement de la couleur.
Lignosulfonates	Au-dessus de 0,05 mg/l
Manganèse	Au-dessus de 0,8 mg/l
Molybdène	Au-dessus de 80 mg/l
Nickel	Au-dessus de 0,8 mg/l
Phosphate	Au-dessus de 10 mg/l
Phosphonates	Au-dessus de 10 mg/l

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Sulfate	Au-dessus de 1 000 mg/l
Température	Une température d'échantillon inférieure à 22 °C ou supérieure à 28 °C (inférieure à 72 °F ou supérieure à 82 °F) peut avoir un impact sur la précision de l'analyse.
Zinc	Au-dessus de 50 mg/l

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
180	299 µg/l	295–303 µg/l	4 µg/l
181	226 µg/l	223–229 µg/l	3 µg/l
182	600 µg/l	591 609 µg/l	8 µg/l
183	886 µg/l	873 899 µg/l	12 µg/l
184	976 µg/l	962–990 µg/l	14 µg/l

Résumé de la méthode

La diéthylhydroxylamine (DEHA) ou tout autre éliminateur d'oxygène présent dans l'échantillon réagit avec l'ion ferrique de la solution de réactif DEHA 2 pour produire des ions ferreux de quantité équivalente à la concentration de DEHA. Cette solution réagit ensuite avec le réactif DEHA 1, qui développe une couleur violette en présence d'ions ferreux et dont l'intensité est proportionnelle à la concentration de l'éliminateur d'oxygène. Cette méthode réagit avec tous les éliminateurs d'oxygène et ne différencie pas les types d'éliminateurs. La longueur d'onde de mesure est de 562 nm pour les spectrophotomètres ou de 560 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	varie	500 ml	88449
Eau désionisée	varie	4 l	27256
Kit de réactif pour réducteur d'oxygène	—	—	2446600
Inclut :			
Sachets de poudre de réactif DEHA 1	2	Lot de 100	2167969
Solution de réactif DEHA 2	1 ml	100 ml	2168042

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Flacon, carré, avec repère de 25 ml	2	1	1704200
Compte-gouttes en plastique, 0,5 et 1,0 ml	1	Lot de 20	2124720

Accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Ozone

DOC316.53.01106

Méthode Indigo **Méthode 8311**

0,01 à 0,25 mg/l O_3 (gamme basse), 0,01 à 0,75 mg/l O_3 (gamme moyenne), **Ampoules AccuVac®**

0,01 à 1,50 mg/l O_3 (gamme haute)

Cadre d'application: Pour l'eau.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères de l'adaptateur pour les analyses avec des ampoules AccuVac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur
DR 6000 DR 5000 DR 900	—
DR 3900	LZV846 (A)
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Utilisez de l'eau du robinet ou de l'eau désionisée pour le blanc (eau sans ozone).
Avec cette méthode, le zéro de l'appareil est ajusté intentionnellement sur l'échantillon, et non le blanc.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
AccuVac® ozone, 0 à 0,25 mg/l	2
AccuVac® ozone, 0 à 0,75 mg/l	2
AccuVac® ozone, 0 à 1,5 mg/l	2
Bécher, 50 ml	1
Bouchons, pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2
Eau sans ozone	varie

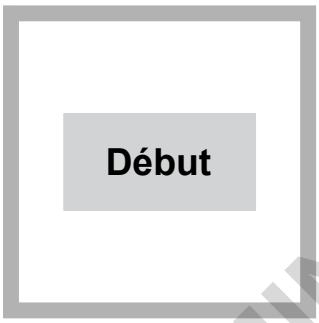
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 4 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

- Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
- Le point le plus important lors de la prise d'échantillons est d'empêcher l'ozone de s'en échapper.
- Collectez l'échantillon doucement et analysez-le immédiatement. Ne secouez ou n'agitez pas l'échantillon, et ne laissez pas sa température monter.
- Ne transférez pas l'échantillon d'un récipient à un autre, sauf en cas d'absolue nécessité.

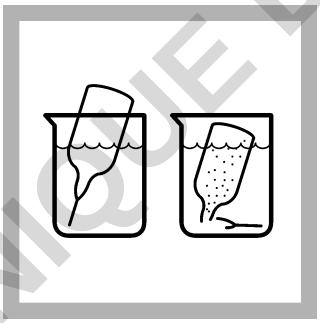
Procédure avec ampoule AccuVac

Remarque : *pour cette procédure, l'étape zéro se fait sur l'échantillon préparé, tandis que l'étape de mesure a lieu sur le blanc.*

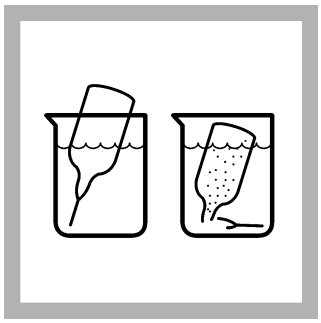


1. Lancez le programme **454 Ozone LR AV**, **455 Ozone MR AV** ou **456 Ozone HR AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

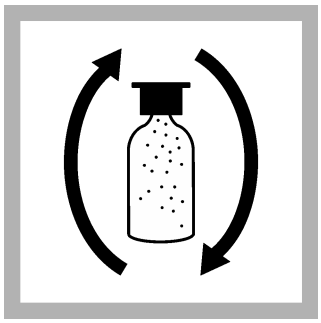
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : versez au moins 40 ml d'eau sans ozone dans un bécher de 50 ml. Remplissez une ampoule AccuVac de réactif indigo pour ozone avec de l'eau sans ozone. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule soit entièrement pleine.

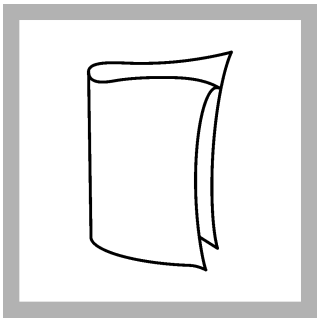


3. Préparation de l'échantillon : versez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez une ampoule AccuVac indigo pour ozone avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule soit entièrement pleine.

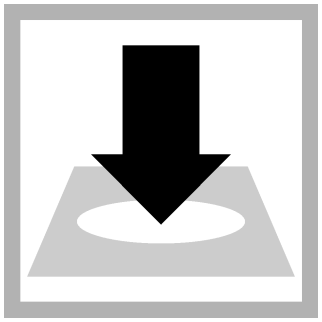


4. Retournez rapidement et plusieurs fois les ampoules AccuVac pour mélanger leur contenu.
La couleur bleue peut blanchir partiellement en présence d'ozone.

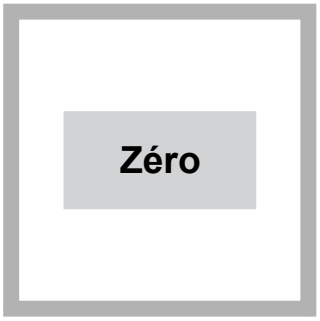
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



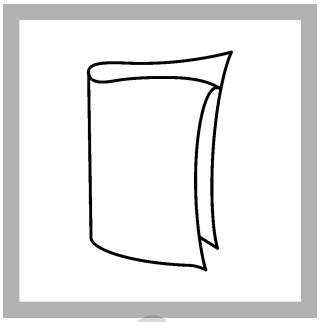
5. Nettoyez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparée.



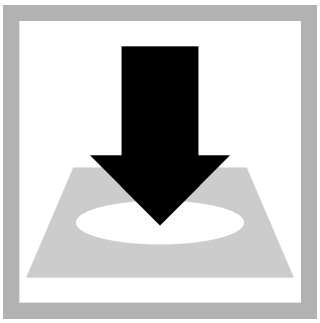
6. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



7. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l O_3.



8. Nettoyez l'ampoule AccuVac de blanc.



9. Insérez l'ampoule AccuVac de blanc dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l O_3.

Stabilité du réactif

Le réactif indigo est photosensible. Conservez les ampoules AccuVac à l'abri de la lumière. La solution indigo se décompose lentement sous l'influence de la lumière ambiante une fois l'ampoule AccuVac remplie. L'ampoule de blanc remplie peut être utilisée pour plusieurs mesures pendant la même journée.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
454	0,15 mg/l O_3	0,14 à 0,16 mg/l O_3	0,01 mg/l O_3
455	0,45 mg/l O_3	0,43 à 0,47 mg/l O_3	0,01 mg/l O_3
456	1,00 mg/l O_3	0,97 à 1,03 mg/l O_3	0,01 mg/l O_3

Résumé de la méthode

La formulation du réactif ajuste le pH de l'échantillon sur 2,5 une fois l'ampoule remplie. Le réactif indigo réagit immédiatement et quantitativement avec l'ozone. La couleur bleue de l'indigo est blanchie proportionnellement à la quantité d'ozone présente dans l'échantillon. Les autres réactifs de la formulation empêchent l'interférence du chlore. Aucun transfert d'échantillon n'est nécessaire pendant cette procédure, par conséquent la perte d'ozone résultant de l'échantillonnage est éliminée. La longueur d'onde de mesure est de 600 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Ampoules AccuVac® ozone, 0 à 0,25 mg/l	2	Lot de 25	2516025
Ampoules AccuVac® ozone, 0 à 0,75 mg/l	2	Lot de 25	2517025
Ampoules AccuVac® ozone, 0 à 1,5 mg/l	2	Lot de 25	2518025

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106
Bécher, polypropylène, 50 ml, forme basse	1	1	108041

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eau désionisée	4 l	27256
Kit d'étalon secondaire en gel SpecCheck™, ozone, 0 à 0,75 mg/l	1	2708000

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

pH

Méthode Rouge de phénol (colorimètres uniquement) Méthode 10076

6,5 à 8,5 unités de pH

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le tableau de cette section affiche l'ensemble des appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le Instrument specific information PP donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
La température de l'échantillon doit rester entre 21 et 29 °C (70 et 84 °F) pour des résultats précis.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

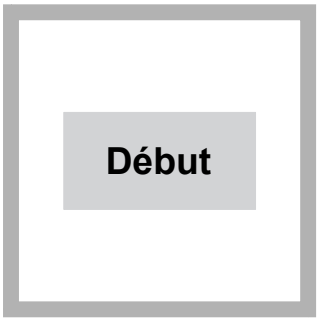
Description	Quantité
Solution témoin de rouge de phénol, catégorie spéciale	1,0 ml
Compte-gouttes, avec repères de 0,5 et 1,0 ml	1
Cuves d'échantillon, avec bouchons	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 3 pour les informations de commande.

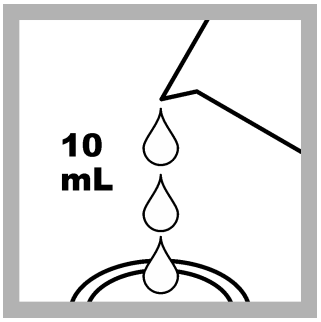
Prise d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.

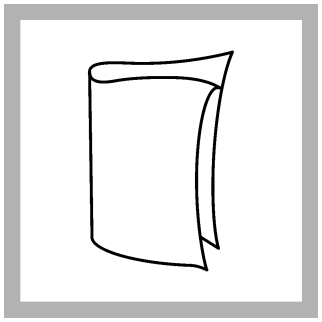
Procédure colorimétrique



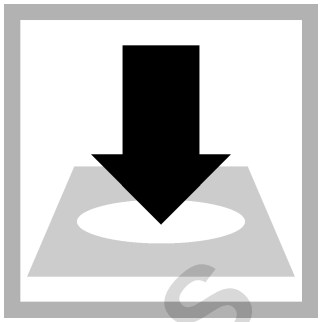
1. Lancez le programme **461 pH**.



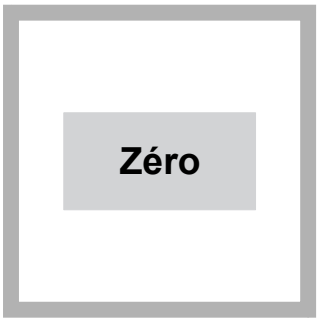
2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



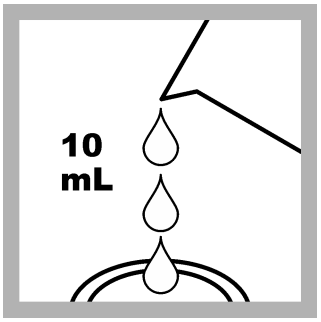
3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



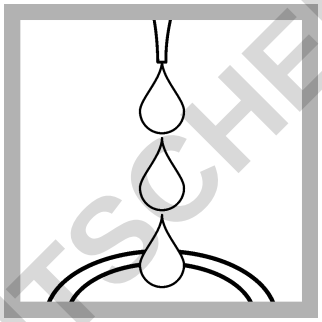
4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



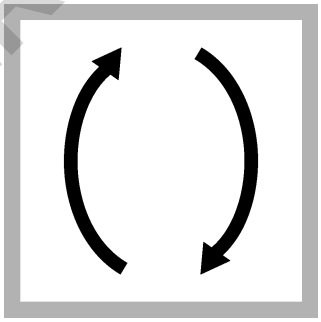
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 6,0 pH .



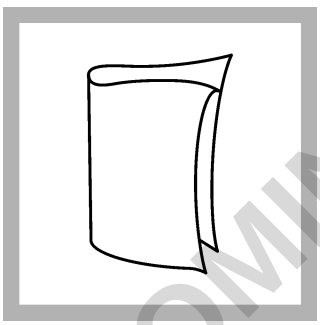
6. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



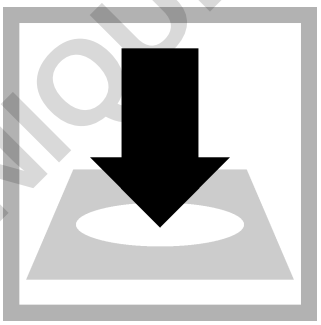
7. Utilisez un compte-gouttes pour ajouter 1 ml de solution témoin de rouge de phénol dans l'échantillon préparé.



8. Bouchez la cuve d'échantillon préparée. Retournez la cuve d'échantillon préparée deux fois pour la mélanger.



9. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



10. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en unités pH.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Le chlore n'interfère pas à des niveaux inférieurs ou égaux à 6 mg/l Cl_2. L'eau salée (eau de mer) interfère et ne peut pas être analysée avec cette méthode.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution tampon pH 7,0, incolore

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
461	Solution tampon pH 7,0	< 0,1 unité pH	sans objet

Résumé de la méthode

Cette méthode utilise un témoin sulfone-phtaléine (rouge de phénol) afin de déterminer le pH de façon colorimétrique. Les résultats des analyses sont mesurés à 520 nm. Cette méthode est disponible uniquement pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution témoin de rouge de phénol, catégorie spéciale	1,0 ml	50 ml	2657512
Cuves d'échantillon, 10, 20 ou 25 ml, avec bouchon	2	Lot de 6	2401906

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Compte-gouttes en plastique, 0,5 et 1,0 ml	1	Lot de 20	2124720

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Solution tampon pH 7,0, incolore	500 ml	1222249
Thermomètre, sans mercure, -20 à +110 °C	1	2635702

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2013. Tous droits réservés.

04/2013, Edition 8

Phosphonates

DOC316.53.01109

PhosVer 3 avec oxydation par persulfate et rayons UV[1] — Méthode 8007

Gammes multiples de 0,02 à 125 mg/l PO_4^{3-} — Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour les eaux de chaudières et de refroidissement, eaux résiduaires et eau de mer.

[1] Adaptée à partir de la publication Blystone, P., Larson, P., A Rapid Method for Analysis of Phosphate Compounds, International Water Conference, Pittsburgh, PA. (26-28 octobre 1981)

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Nettoyez tout le matériel en verre avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2), puis rincez soigneusement à l'eau désionisée pour supprimer tous contaminants.
N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer la verrerie. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
Portez des lunettes de protection contre les UV lorsque la lampe à UV est allumée.
Ne touchez pas la surface de la lampe à UV à main nue. Les empreintes digitales peuvent abîmer le verre. Rincez la lampe et essuyez-la avec un tissu doux et propre entre les analyses.
La minéralisation UV de cette procédure se fait généralement en moins de 10 minutes. Cependant, les échantillons à forte charge organique ou encore une lampe trop faible risquent de générer une conversion en phosphate incomplète. Pour vérifier l'efficacité de la conversion, allongez le temps de minéralisation et assurez-vous que les mesures n'augmentent pas.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Flacon carré, avec repère de 25 ml	1
Eprouvette graduée de mélange, 50 ml	1
Lunettes de protection contre les UV	1
Pipette, sérologique, 10 ml	1
Sachets de poudre de réactif pour phosphate PhosVer® 3, 10 ml	2
Sachet de poudre de persulfate de potassium pour le phosphonate	1
Pro-pipette	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2
Eau désionisée	varie
Lampe UV avec alimentation	1

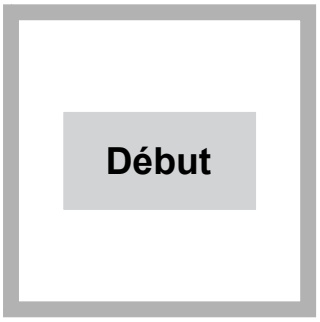
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 8 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (50 %) et rincés à l'eau désionisée.
- N'utilisez pas un détergent ordinaire pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 24 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

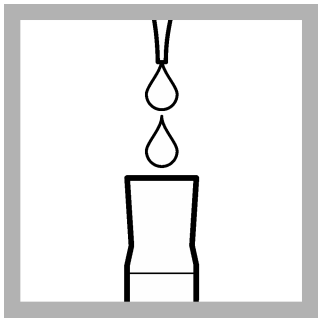
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre et photolyse UV

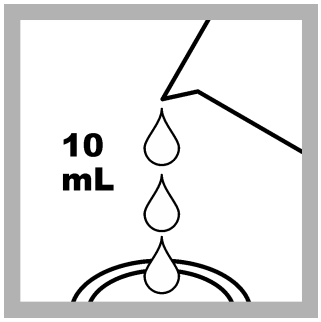


1. Lancez le programme **501 Phosphonates**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



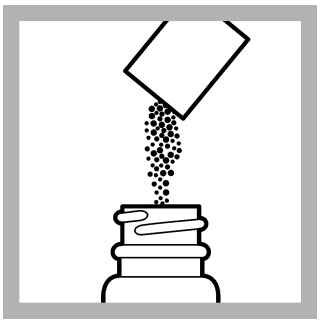
2. Sélectionnez la taille de l'échantillon dans le Tableau 2 à la page 5. Utilisez une pipette pour ajouter le volume correct d'échantillon dans une éprouvette graduée de 50 ml.
Si nécessaire, diluez l'échantillon à 50 ml avec de l'eau désionisée et mélangez bien.



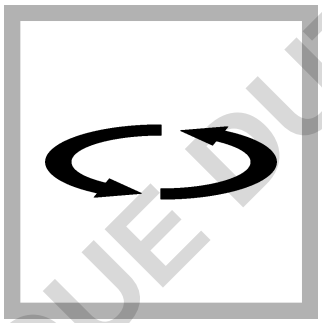
3. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon jusqu'au repère de 10 ml avec l'échantillon dilué au cours de l'étape 2.



4. Préparation de l'échantillon minéralisé : remplissez un flacon de mélange jusqu'au **repère de 25 ml** avec l'échantillon dilué au cours de l'étape 2.



5. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate de potassium pour le phosphonate dans l'échantillon de 25 ml.



6. Faites tourner pour mélanger.



7. Mettez des lunettes de protection contre les UV.



8. Placez la lampe à ultraviolets dans le flacon mélangeur. Allumez la lampe à UV.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

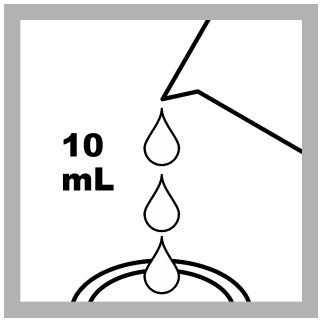


9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 10 minutes commence.

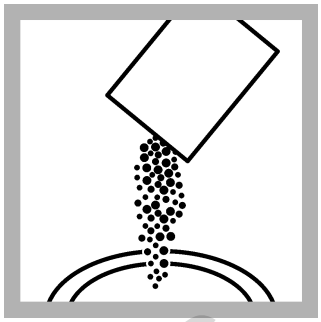
Les phosphonates sont convertis en orthophosphates au cours de cette étape.



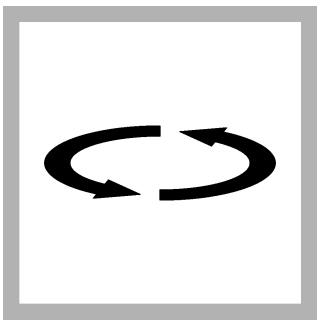
10. A la fin de la minuterie, éteignez la lampe UV. Enlevez la lampe UV de l'échantillon.



11. Préparation de l'échantillon : remplissez une deuxième cuve d'échantillon jusqu'au repère de 10 ml avec l'échantillon minéralisé.



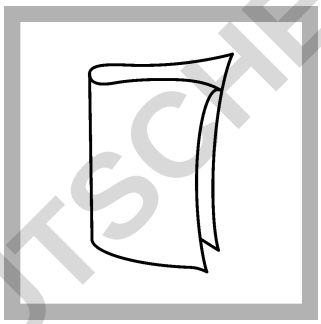
12. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif pour phosphate PhosVer 3 dans le blanc et l'échantillon préparé.



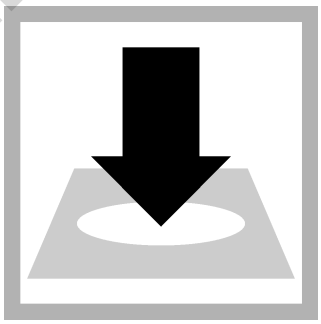
13. Faites tourner immédiatement les deux cuves vigoureusement pendant 20 à 30 secondes pour les mélanger. Une partie de la poudre peut ne pas se dissoudre.
Une couleur bleue se développe en présence de phosphate. L'échantillon et le blanc peuvent développer une couleur.



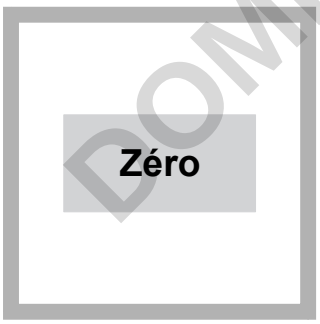
14. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.
Si la température de l'échantillon est inférieure à 15 °C (59 °F), patientez 4 minutes pour le développement des couleurs.



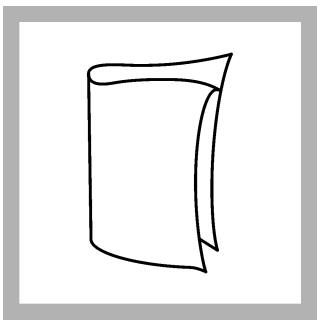
15. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve du blanc. Exécutez le reste des étapes de cette procédure en moins de 3 minutes.



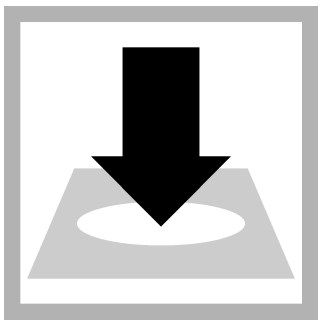
16. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



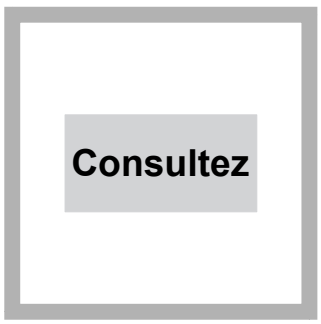
17. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l PO_4^{3-}.



18. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

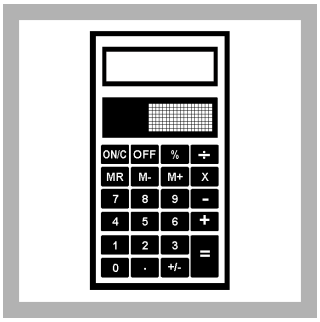


19. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



20. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l PO_4^{3-} .

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



21. Multipliez les résultats par le multiplicateur de volume d'échantillon correspondant dans le Tableau 2 à la page 5 pour obtenir la concentration de phosphonate. Référez-vous au Tableau 3 à la page 5 pour reporter les résultats en tant que composé de phosphonate.

Sélection du volume d'échantillon et du multiplicateur

Basez-vous sur la concentration de phosphonate attendue pour sélectionner un volume d'échantillon (reportez-vous au Tableau 2). Appliquez le multiplicateur pour ajuster le résultat de l'analyse (en mg/l PO_4^{3-}) pour le volume d'échantillon qui a été utilisé.

Tableau 2 Gamme attendue de phosphonate avec multiplicateur

Gamme attendue (mg/l de phosphonate)	Volume de l'échantillon (ml)	Multiplicateur
0 à 2,5	50	0,1
0 à 5	25	0,2
0 à 12,5	10	0,5
0 à 25	5	1
0 à 125	1	5

Conversion du phosphate en phosphonate

Pour convertir en phosphonate actif le résultat d'analyse final exprimé en mg/l PO_4^{3-}, multipliez le résultat de l'analyse par le facteur de conversion applicable dans le Tableau 3.

Tableau 3 Facteurs de conversion en fonction du type de phosphonate

Type de phosphonate	Facteur de conversion
DETPMPA	1,207
EDTMPA	1,148
HEDPA	1,085
HMDTMPA	1,295
HPA	1,49
NTP	1,05
PBTC	2,84

Interférences

Les niveaux d'interférence se réduisent au fur et à mesure que la taille de l'échantillon augmente. Par exemple, le cuivre n'interfère pas à une valeur inférieure ou égale à 100 mg/l dans un échantillon de 5,00 ml. Si vous portez le volume de l'échantillon à 10 ml, le cuivre commence à interférer au-delà de 50 mg/l.

Substance interférente	Niveau d'interférence (échantillon de 5 ml)
Aluminium	100 mg/l
Arséniate	Interfère à tous les niveaux.
Benzotriazole	10 mg/l
Bicarbonate	1 000 mg/l
Bromure	100 mg/l
Calcium	5 000 mg/l
CDTA	100 mg/l
Chlorure	5 000 mg/l
Chromate	100 mg/l
Cuivre	100 mg/l
Cyanure	100 mg/l (prolongez la minéralisation UV à 30 minutes.)
Diéthanoldithiocarbamate	50 mg/l
EDTA	100 mg/l
Fer	200 mg/l
Nitrate	200 mg/l
NTA	250 mg/l
Orthophosphate	15 mg/l
Phosphites et composés organophosphorés	Réaction quantitative. Les métaphosphates et les polyphosphates n'interfèrent pas.
Silice	500 mg/l
Silicate	100 mg/l
Sulfate	2 000 mg/l
Sulfure	Interfère à tous les niveaux.
Sulfite	100 mg/l
Thiourée	10 mg/l
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Vérification de l'exactitude

Méthode par minéralisation

Afin de valider toute la procédure avec la minéralisation, préparez une solution ayant une concentration connue d'un composé de phosphonate. Analysez la concentration de la solution de phosphonate comme décrit dans la procédure.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Méthode par solution étalon

Afin de valider le volet colorimétrique de la procédure (sans minéralisation), utilisez une solution étalon de phosphate pour l'échantillon et de l'eau désionisée pour le blanc. Ajoutez le réactif PhosVer 3 directement dans 10 ml de solution étalon de phosphate et dans le blanc. Le résultat attendu est de 10 fois la valeur de la solution étalon en raison d'un facteur de dilution de 10 intégré dans l'étalonnage.

Eléments à préparer :

- Solution étalon pour phosphate, 1 mg/l (le résultat attendu est de 10 mg/l si vous utilisez 10 ml)

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
501	2,00 mg/l PO_4^{3-}	1,97–2,03 mg/l PO_4^{3-}	Voir Sensibilité à la page 7.

Sensibilité

La sensibilité dépend du volume de l'échantillon. La sensibilité est exprimée en PO_4^{3-} dans le Tableau 4. Pour l'exprimer en tant que phosphonate spécifique, reportez-vous au Tableau 3 à la page 5.

Tableau 4 Sensibilité par volume d'échantillon

Gamme (mg/l de phosphonate)	Volume de l'échantillon (ml)	Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
0 à 2,5	50	0,02 mg/l PO_4^{3-}
0 à 5	25	0,04 mg/l PO_4^{3-}
0 à 12,5	10	0,10 mg/l PO_4^{3-}
0 à 25	5	0,20 mg/l PO_4^{3-}
0 à 125	1	1,00 mg/l PO_4^{3-}

Résumé de la méthode

Cette méthode est applicable directement aux échantillons provenant de chaudières et de tours de refroidissement. Cette procédure repose sur l'oxydation de phosphonate en orthophosphate par catalyse avec des rayons UV. L'orthophosphate réagit avec le molybdène du réactif PhosVer 3 afin de former un complexe phosphate/molybdate. Ce complexe est réduit par l'acide ascorbique du réactif PhosVer 3, ce qui donne une couleur bleue dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de phosphonate dans l'échantillon d'origine. L'orthophosphate de l'échantillon d'origine est éliminé lorsque le blanc est utilisé pour définir la concentration zéro. La longueur d'onde de mesure est de 880 nm (DR 1900 : 710 nm) pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	4 l	27256
Kit de réactif pour phosphonates, 10 ml	1	100 analyses	2429700
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif pour phosphate PhosVer® 3[1], 10 ml	1	Lot de 100	2106069
Sachet de poudre de persulfate de potassium pour phosphonates	1	Lot de 100	2084769

[1] PhosVer est une marque déposée de Hach Company.

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Flacon, carré, avec repère de 25 ml	1	1	1704200
Bécher, polypropylène, 50 ml, forme basse	1	1	108041
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml, avec bouchon en verre	1	1	189641
Lunettes de protection contre les UV	1	1	2113400
Pipette sérologique graduée, 10 ml	1	1	53238
Pro-pipette	1	1	1465100
Lampe UV avec alimentation, 115 V c.a.	1	1	2082800
OU			
Lampe UV avec alimentation, 230 V c.a.	1	1	2082802

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, 1 mg/l en PO_4^{3-}	500 ml	256949

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Solution d'acide chlorhydrique, 6 N (au 1/2)	500 ml	88449
Acide sulfurique, concentré, ACS	500 ml	97949
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Sachets de poudre de réactif pour phosphate PhosVer 3, 10 ml	Lot de 1 000	2106028
Lampe à UV, onde courte, type crayon	1	2671000
Alimentation, 115 V/60 Hz	1	2670700
Alimentation, 220 V/50 Hz	1	2670702
Solution étalon de phosphate, 3 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	2059716
Solution étalon de phosphate, 10 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1420416
Solution étalon de phosphate, 15 mg/l en PO_4^{3-}	100 ml	1424342

Réactifs et accessoires en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, 30 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1436716
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 100 mg/l en PO_4	100 ml	1436832
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Solution étalon de phosphate, 500 mg/l en PO_4	100 ml	1424232

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Phosphore réactif (orthophosphate)

DOC316.53.01119

USEPA[1] - Méthode PhosVer 3® (acide ascorbique)[2] **Méthode 8048**

0,02 à 2,50 mg/l PO_4^{3-} **Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Agréée par l'USEPA pour les rapports d'analyse des eaux résiduaires. Procédure équivalente aux recommandations de l'USEPA et de la publication Standard Method 4500-P-E pour les eaux résiduaires.
[2] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

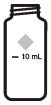
Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif pour phosphate PhosVer® 3, 10 ml	1
Cuves d'échantillon. (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Réactif pour phosphate PhosVer® 3, ampoule AccuVac®	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Bouchon pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	1

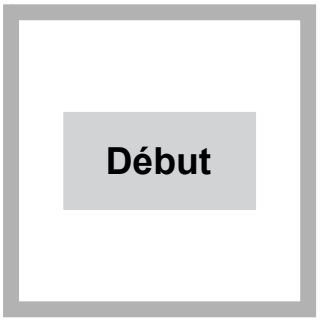
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

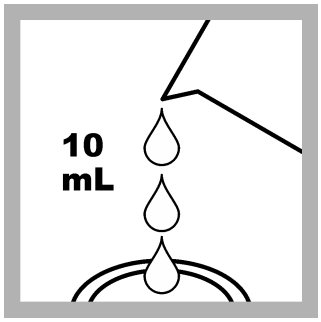
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

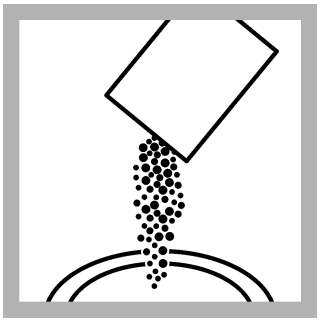


1. Lancez le programme **490 P React. PP**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

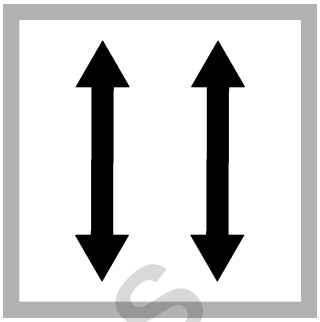
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif au phosphate PhosVer 3 dans la cuve d'échantillon. Une couleur bleue se développe en présence de phosphore dans l'échantillon.

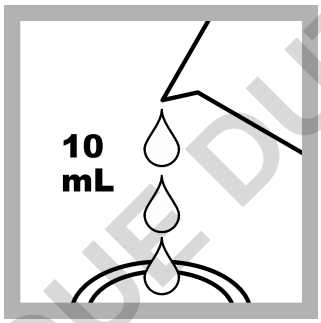


4. Fermez immédiatement la cuve d'échantillon. Agitez-la vigoureusement pendant 20 à 30 secondes.

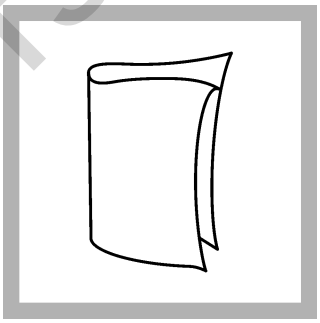


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.

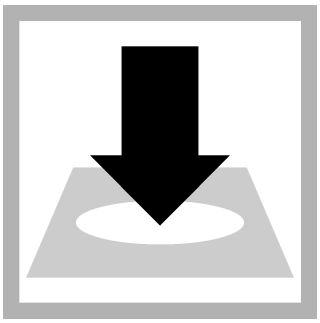
Si l'échantillon a été minéralisé au persulfate acide, une période de réaction de 10 minutes est nécessaire.



6. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

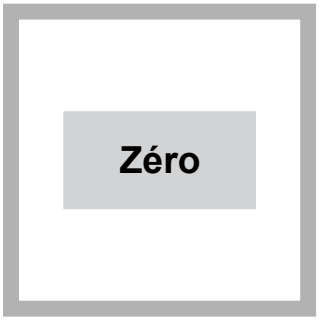


7. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

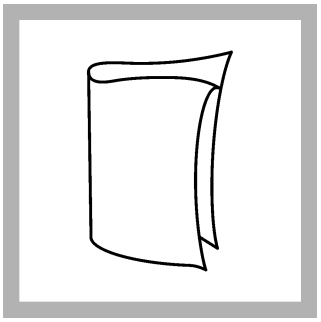


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

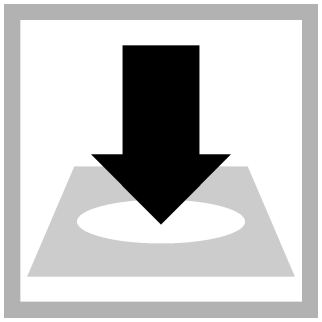
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l PO_4^{3-}.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

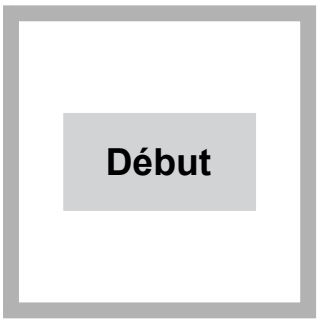


11. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



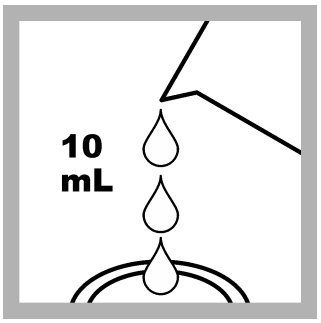
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l PO_4^{3-}.

Procédure avec ampoules AccuVac

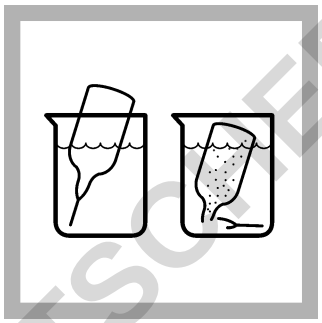


1. Lancez le programme **492 P React. PV AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

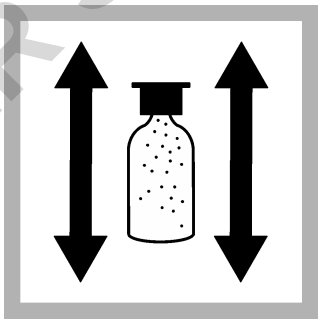
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.



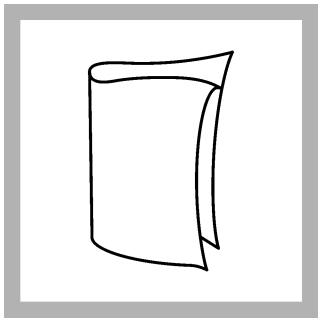
4. Fermez l'ampoule AccuVac. Agitez pendant environ 30 secondes. La précision n'est pas affectée par la présence de poudre non dissoute.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

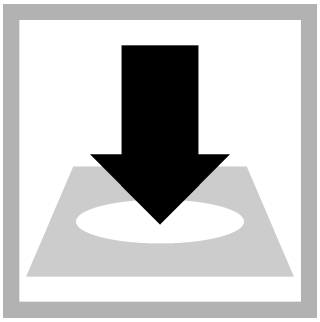


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.

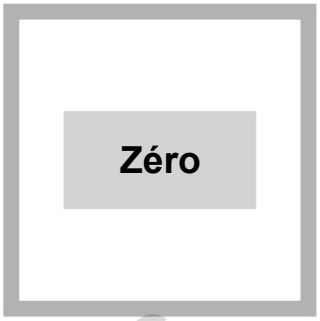
Si l'échantillon a été minéralisé au persulfate acide, une période de réaction de 10 minutes est nécessaire.



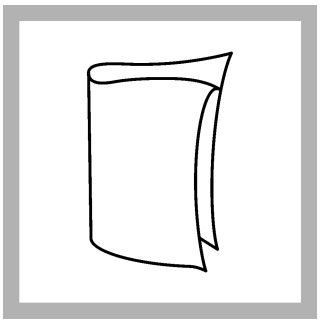
6. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



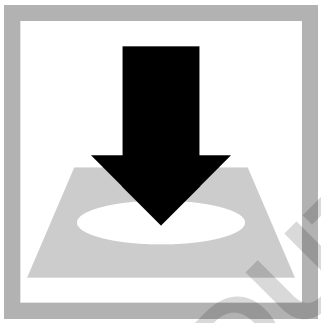
7. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l PO_4^{3-}.



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l PO_4^{3-}.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	Au-dessus de 200 mg/l
Arséniate	Interfère à tous les niveaux
Chrome	Au-dessus de 100 mg/l
Cuivre	Au-dessus de 10 mg/l
Sulfure d'hydrogène	Interfère à tous les niveaux
Fer	Au-dessus de 100 mg/l
Nickel	Au-dessus de 300 mg/l
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Une plage de pH de 2–10 est recommandée.
Silice	Au-dessus de 50 mg/l
Silicate	Au-dessus de 10 mg/l
Turbidité ou couleur	Les échantillons présentant une forte turbidité peuvent présenter des résultats incohérents. L'acide du réactif peut dissoudre une partie des particules en suspension et entraîner la désorption variable d'orthophosphate des particules.
Zinc	Au-dessus de 80 mg/l

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon de phosphate, 50 mg/l PO_4^{3-}
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.

   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,2, 0,4 et 0,6 ml de la solution étalon à trois nouveaux échantillons de 50 ml.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de phosphate à 50 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 4 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de phosphate à 2,00 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 4,00 ml de phosphate à 50 mg/l dans le flacon jaugé. *(Sinon, utilisez l'un des étalons disponibles avec paramètres mixtes. Ces étalons contiennent du phosphate à 2,0 mg/l.)*
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
490	2,00 mg/l PO_4^{3-}	1,98–2,02 mg/l PO_4^{3-}	0.02 mg/l PO_4^{3-}
492	2,00 mg/l PO_4^{3-}	1,98–2,02 mg/l PO_4^{3-}	0.02 mg/l PO_4^{3-}

Résumé de la méthode

L'orthophosphate réagit avec le molybdate dans un milieu acide pour produire un complexe mixte de phosphate/molybdate. L'acide ascorbique permet ensuite de réduire le complexe, ce qui donne une couleur bleu de molybdène intense. La longueur d'onde de mesure est de 880 nm (DR 1900 : 710 nm) pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif pour phosphate PhosVer® 3[1], 10 ml	1	Lot de 100	2106069
OU			
Réactif pour phosphate PhosVer® 3, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2508025

[1] PhosVer est une marque déposée de Hach Company.

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l en PO_4	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l en PO_4^{3-}	500 ml	17149
Solution étalon de phosphate, 1 mg/l en PO_4^{3-}	500 ml	256949
Mélange d'étalon d'eau potable, produits inorganiques contenant F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 ml	2833049
Mélange d'étalon pour effluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, COT	500 ml	2833249
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Système de vidange AccuVac®	1	4103600
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac®	1	2405200
Ampoules AccuVac® pour blancs d'échantillon	Lot de 25	2677925
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Sachets de poudre de traitement phosphate	Lot de 100	1450199
Solution étalon de phosphate, 10 mg/l en PO_4	946 ml	1420416
Solution étalon de phosphate, 15 mg/l en PO_4^{3-}	100 ml	1424342
Solution étalon de phosphate, 100 mg/l en PO_4	100 ml	1436832
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Solution étalon de phosphate, 500 mg/l en PO_4	100 ml	1424232
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Pipette, jaugée, classe A, 4,00 ml	1	1451504

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Phosphore réactif (orthophosphate)

DOC316.53.01118

USEPA - Méthode PhosVer® 3[1] **Méthode 8048**

0,06 à 5,00 mg/l PO_4^{3-} (0,02 à 1,60 mg/l P) **Tubes Test 'N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Agréée par l'USEPA pour les rapports d'analyse sur les eaux résiduaires. Procédure équivalente aux recommandations de l'USEPA et de la publication Standard Method 4500-P E pour les eaux résiduaires.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Sachet de poudre de réactif PhosVer® 3	1
Tube Test 'N Tube pour le phosphore réactif	1
Entonnoir, micro	1

Eléments à préparer (suite)

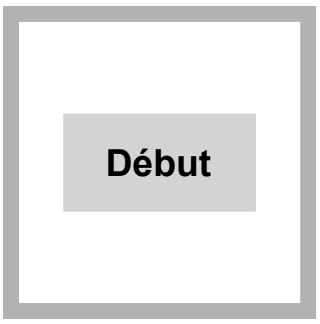
Description	Quantité
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Portoir de tubes à essai	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

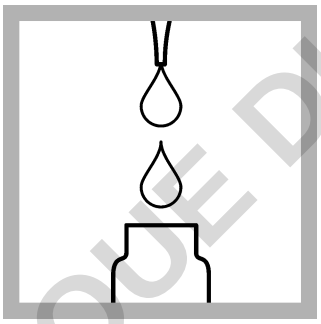
- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Procédure Test 'N Tube

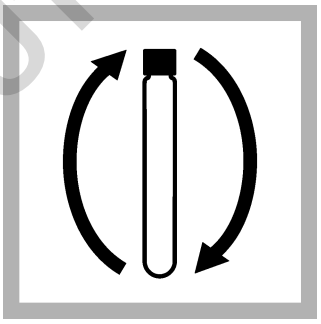


1. Lancez le programme **535 P React. PV TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

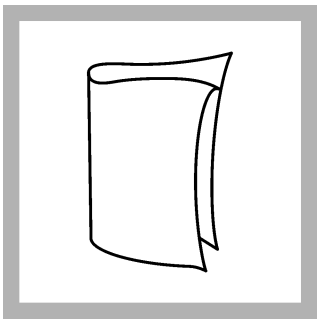
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Ajoutez 5,0 ml d'échantillon dans un tube Test 'N Tube pour le phosphore réactif.

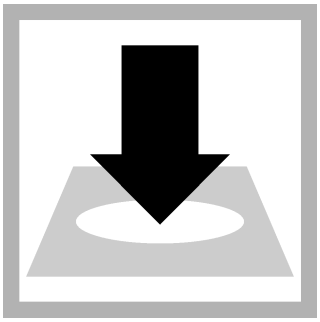


3. Bouchez le tube. Retournez pour assurer le mélange.

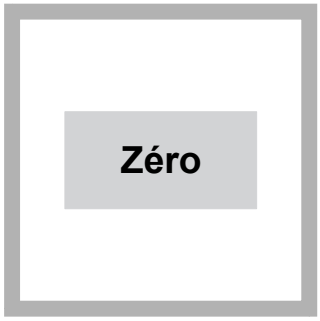


4. Nettoyez le tube.

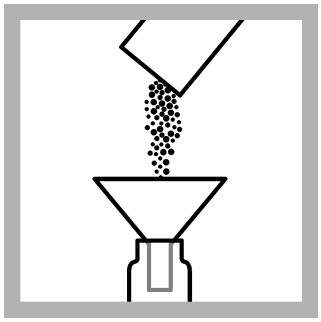
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



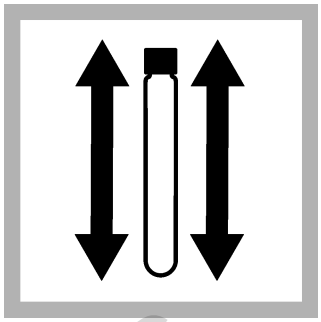
5. Insérez le tube dans le porte-cuve de 16 mm.



6. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l PO_4^{3-}.



7. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif PhosVer 3.

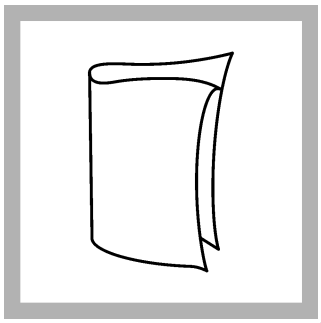


8. Bouchez le tube. Agitez pendant environ 20 secondes. La poudre ne se dissout pas complètement.



9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.

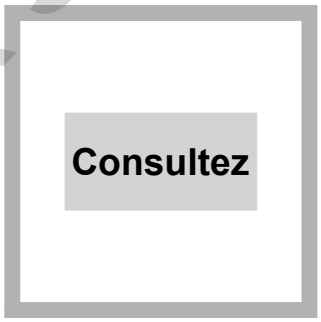
Mesurez l'échantillon entre deux et huit minutes après avoir ajouté le réactif PhosVer 3.



10. A la fin de la minuterie, nettoyez le tube.



11. Insérez le tube dans le porte-cuve de 16 mm.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l PO_4^{3-}.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	Au-dessus de 200 mg/l
Arséniate	Interfère à tous les niveaux
Chrome	Au-dessus de 100 mg/l
Cuivre	Au-dessus de 10 mg/l
Sulfure	Plus de 6 mg/l. Eliminez l'interférence du sulfure de la façon suivante : **1.** Mesurez 25 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. **2.** Faites tourner le bécher constamment et ajoutez de l'eau de brome goutte à goutte jusqu'à ce que vous obteniez une couleur jaune permanente. **3.** Faites tourner continuellement et ajoutez une solution au phénol goutte à goutte jusqu'à ce que la couleur jaune disparaisse. Utilisez cet échantillon traité dans la méthode d'analyse.
Fer	Au-dessus de 100 mg/l
Nickel	Au-dessus de 300 mg/l
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Silice	Au-dessus de 50 mg/l
Silicate	Au-dessus de 10 mg/l
Turbidité ou couleur	Les échantillons présentant une forte turbidité peuvent présenter des résultats incohérents. L'acide du réactif peut dissoudre une partie des particules en suspension et entraîner la désorption variable d'orthophosphate des particules.
Zinc	Au-dessus de 80 mg/l

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon de phosphate de 2 ml, 50 mg/l en PO_4^{3-}
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de phosphate à 3,0 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
535	3,00 mg/l PO_4^{3-}	2,94–3,06 mg/l PO_4^{3-}	0.06 mg/l PO_4^{3-}

Résumé de la méthode

L'orthophosphate réagit avec le molybdate dans un milieu acide pour produire un complexe mixte de phosphate/molybdate. L'acide ascorbique permet ensuite de réduire le complexe, ce qui donne une couleur bleu de molybdène intense. La longueur d'onde de mesure est de 880 nm (DR 1900 : 710 nm) pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif Test 'N Tube™ pour phosphore réactif	—	50 analyses	2742545
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif pour phosphate PhosVer® 3, 10 ml	1	Lot de 50	2106046
Tubes Test 'N Tube de dilution du phosphore réactif (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, ampoule PourRite®, 50 mg/l en PO_4^{3-}, 2 ml	Lot de 20	17120H
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l en PO_4^{3-}	500 ml	17149
Solution étalon de phosphate, 1 mg/l en PO_4^{3-}	500 ml	256949
Solution étalon de phosphate, 3 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	2059716
Mélange d'étalon d'eau potable, produits inorganiques contenant F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 ml	2833049
Mélange d'étalon pour effluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, COT	500 ml	2833249
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Filtre, papier, plié, 3–5 microns, 12,5 cm	Lot de 100	69257
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076
Bécher, 50 ml	1	50041H

Etalons en option

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Solution étalon de phosphate, 10 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1420416
Solution étalon de phosphate, 15 mg/l en PO_4^{3-}	100 ml	1424342
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 100 mg/l en PO_4	100 ml	1436832
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Solution étalon de phosphate, 500 mg/l en PO_4	100 ml	1424232

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Phosphore réactif (orthophosphate)

DOC316.53.01113

Méthode aux acides aminés[1] **Méthode 8178**

0,23 à 30,00 mg/l PO_4^{3-} **Solution de réactif**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Le contenu d'un sachet de poudre de réactif acide aminé peut être substitué à une solution de réactif acide aminé de 1 ml pendant la procédure d'analyse.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

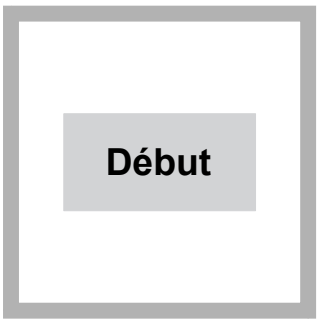
Description	Quantité
Réactif acide aminé	1 ml
Eprouvette graduée de mélange, 25 ml	1
Réactif molybdate	1 ml
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

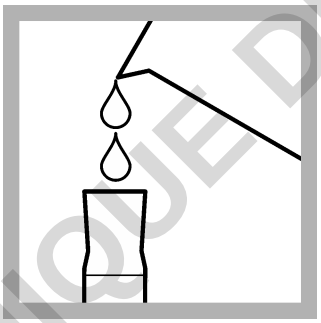
- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Procédure avec sachet de poudre



1. Lancez le programme **485 P React. Amino**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

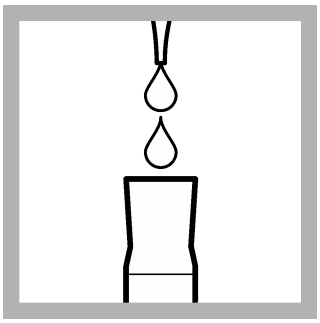
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une éprouvette de mélange avec l'échantillon jusqu'au repère de 25 ml.

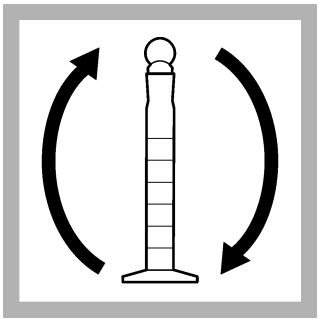


3. Préparation de l'échantillon : ajoutez 1 ml de réactif molybdate.



4. Ajoutez 1 ml de solution de réactif acide aminé.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

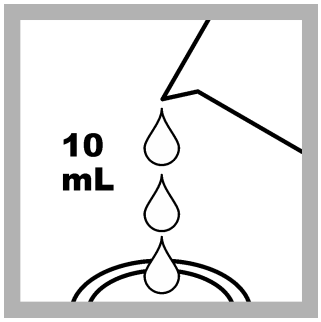


5. Bouchez l'éprouvette de mélange. Retournez-la plusieurs fois pour procéder au mélange.
Une couleur bleue se développe en présence de phosphate dans l'échantillon.

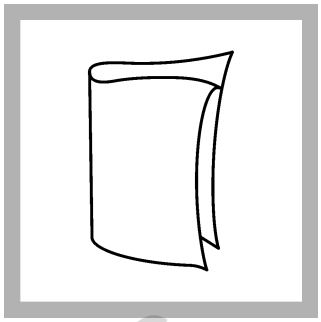


6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 10 minutes commence.

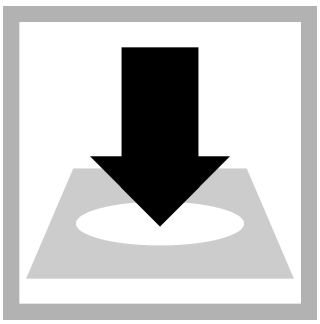
Préparez le blanc pendant le décompte du minuteur.



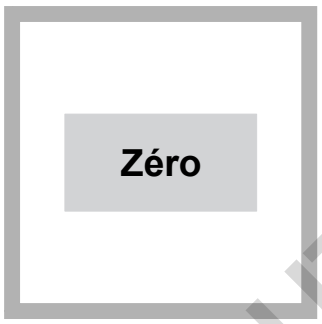
7. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon n'ayant subi aucun traitement.



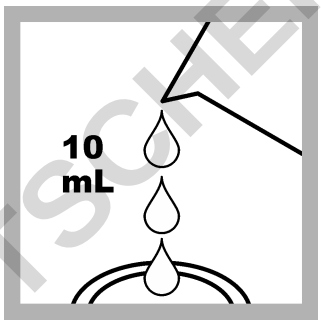
8. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



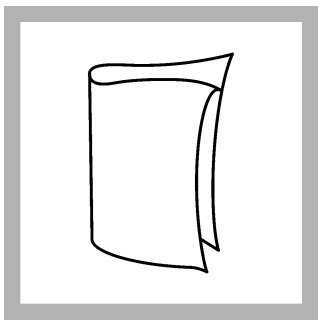
9. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l PO_4^{3-}.



11. Remplissez une deuxième cuve avec 10 ml d'échantillon préparé.



12. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



13. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l PO_4^{3-}.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Calcium	Au-dessus de 10 000 mg/l en $CaCO_3$
Chlorure	Au-dessus de 150 000 mg/l Cl^-
Echantillons colorés	Ajoutez 1 ml de solution étalon d'acide sulfurique 10 N dans un autre échantillon de 25 ml. Utilisez ce dernier, et non pas l'échantillon non traité, en tant que blanc pour régler le zéro de l'appareil. Utilisez une pipette et une pro-pipette pour mesurer l'étalon d'acide sulfurique.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Niveaux élevés de sel (Na^+)	Risque de donner des résultats trop faibles. Pour éliminer cette interférence, diluez l'échantillon jusqu'à ce que deux dilutions successives donnent le même résultat.
Magnésium	Au-dessus de 40 000 mg/l en $CaCO_3$
Nitrite (NO_2^-)	Blanchit la couleur bleue. Eliminez l'interférence du nitrite en ajoutant 0,10 g d'acide sulfamique dans 50 ml d'échantillon. Faites tourner pour mélanger. Utilisez cet échantillon traité au cours de la procédure d'analyse.
Phosphates, niveaux élevés (PO_4^{3-})	Lorsque la concentration de phosphate augmente, la couleur vire du bleu au vert, puis au jaune et enfin au brun. La couleur brune peut signaler une concentration proche de 100 000 mg/l PO_4^{3-}. Si toute autre couleur que le bleu se forme, diluez l'échantillon et recommencez l'analyse.
Sulfure (S^{2-})	Le sulfure interfère. Pour les échantillons ayant une concentration de sulfure inférieure à 5 mg/l, éliminez l'interférence du sulfure de la façon suivante : **1.** Ajoutez 50 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer. **2.** Ajoutez de l'eau de brome au compte-gouttes avec une rotation constante jusqu'à ce qu'une coloration jaune permanente se développe. **3.** Ajoutez de la solution de phénol au compte-gouttes jusqu'à ce que la couleur jaune disparaisse. Utilisez cet échantillon traité au cours de la procédure d'analyse.
Température	Pour de meilleurs résultats, la température de l'échantillon doit rester à 21 ± 3 °C (70 ± 5 °F).
Turbidité	Peut générer des résultats incohérents pour deux raisons. Certaines particules en suspension peuvent se dissoudre du fait de l'acide utilisé pendant l'analyse. D'autre part, une désorption d'orthophosphate des particules peut se produire. Pour les échantillons très troubles, ajoutez 1 ml de solution étalon d'acide sulfurique 10 N dans un autre échantillon de 25 ml. Utilisez ce dernier, et non pas l'échantillon non traité, en tant que blanc pour régler le zéro de l'appareil. Utilisez une pipette et une pro-pipette pour mesurer l'étalon d'acide sulfurique.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon de phosphate de 2 ml, 500 mg/l en PO_4^{3-}
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de phosphate à 10 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
485	10,00 mg/l PO_4^{3-}	9,86 à 10,14 mg/l PO_4^{3-}	0,20 mg/l PO_4^{3-}

Résumé de la méthode

Dans une solution fortement acide, le molybdate d'ammonium réagit avec l'orthophosphate pour former l'acide molybdophosphorique. Ce complexe est ensuite réduit par le réactif à l'acide aminé et produit un composé d'une couleur bleu de mobdylène intense. La longueur d'onde de mesure est de 530 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour phosphore réactif, gamme haute	—	100 analyses	2244100
Inclut :			
Réactif acide aminé	1 ml	100 ml CGG	193432
Réactif molybdate	1 ml	100 ml CGG	223632

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml, bouchon en verre	1	1	189640

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, 10 mg/l en PO_4	946 ml	1420416
Solution étalon de phosphate, ampoule PourRite® de 2 ml, 500 mg/l PO_4^{3-}	Lot de 16	1424220
Mélange d'étalon pour effluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, COT	500 ml	2833249
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149
Eau désionisée	4 l	27256
Briseur d'ampoule, ampoules PourRite® de 2 ml	1	2484600

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Sachets de poudre de réactif acide aminé	Lot de 100	80499
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Erlenmeyer, 125 ml	1	50543
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Acide sulfamique, 454 g	1	234401
Solution étalon d'acide sulfurique, 10 N	1 000 ml	93153
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Filtre, papier, plié, 3–5 microns, 12,5 cm	Lot de 100	69257
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076

Etalons en option

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Solution étalon de phosphate, 3 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	2059716
Solution étalon de phosphate, 15 mg/l en PO_4^{3-}	100 ml	1424342
Solution étalon de phosphate, 30 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1436716
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 100 mg/l en PO_4	100 ml	1436832
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Solution étalon de phosphate, 500 mg/l en PO_4	100 ml	1424232

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

HACH®
FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Phosphore réactif (orthophosphate)

DOC316.53.01115

Molybdovanadate Method[1]

Méthode 8114

0.3 to 45.0 mg/L PO_4^{3-}

Reagent Solution or AccuVac® Ampuls

Cadre d'application: For water and wastewater.

[1] Adapted from Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour de meilleurs résultats, la température de l'échantillon doit rester entre 20 et 25 °C (68 et 77 °F).
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Solution de réactif

Description	Quantité
Molybdovanadate reagent	1.0 mL
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Molybdovanadate reagent AccuVac® Ampuls	2
Bécher, 50 ml	1
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2

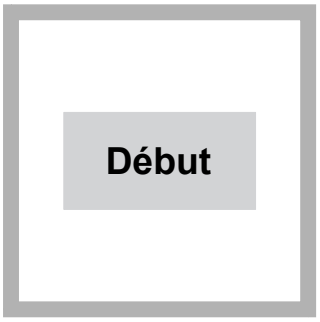
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

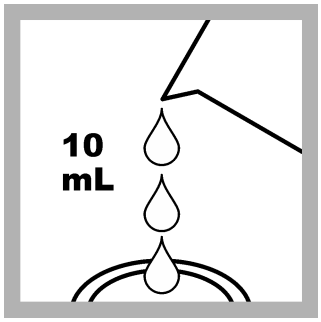
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec solution de réactif

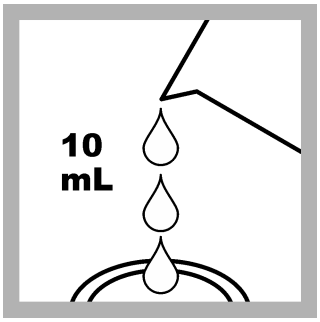


1. Lancez program **480 P React. Mo**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

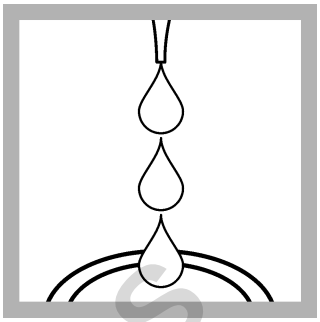
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



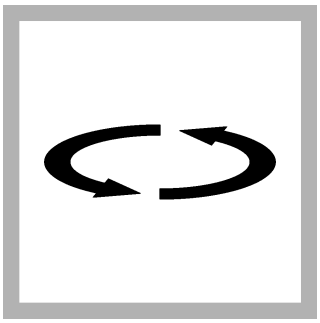
2. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'eau désionisée.



3. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



4. Ajoutez 0.5 mL of Molybdovanadate reagent to each cell.

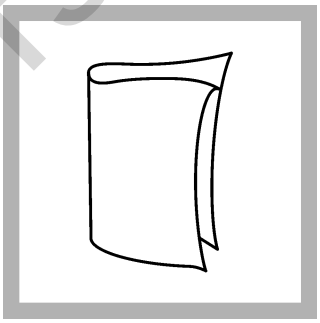


5. Faites tourner pour mélanger.

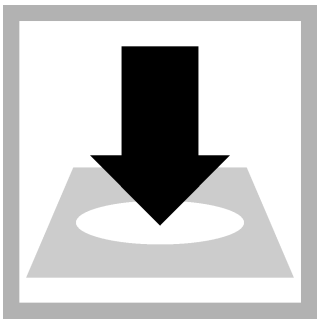


6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 7-minute commence.

If the sample concentration is greater than 30 mg/L PO_4^{3-}, read at exactly 7 minutes or make a 1:1 dilution of the sample and repeat the test.

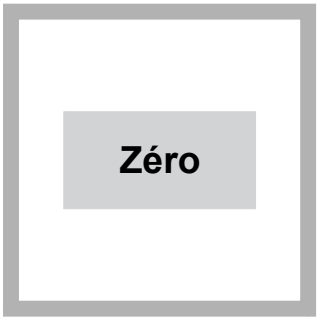


7. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

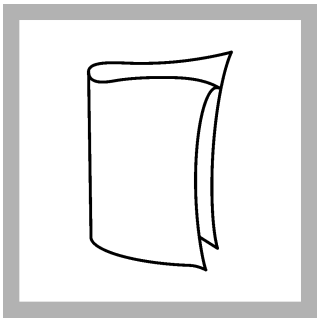


8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

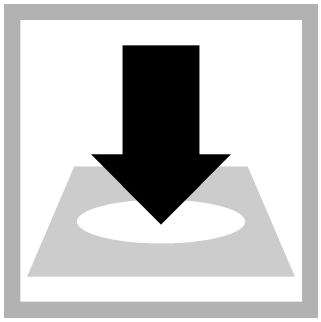
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0.0 mg/L PO_4^{3-}.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

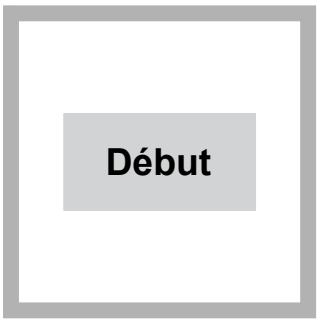


11. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



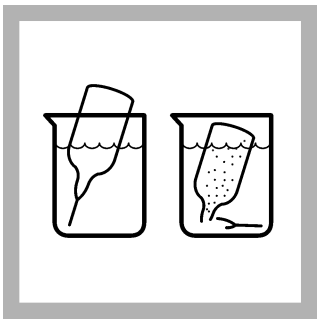
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/L PO_4^{3-}.

Procédure avec ampoules AccuVac



1. Lancez program **482 P React. Mo. AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : versez au moins 40 ml d'eau désionisée dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'eau désionisée. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.

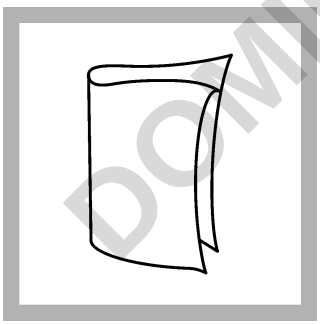


3. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.

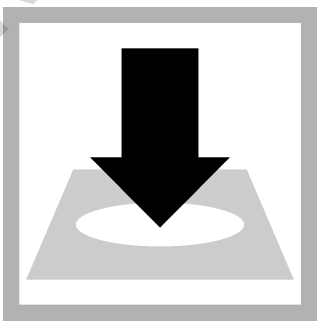


4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 7-minute commence.

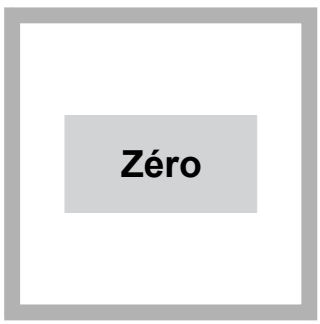
If the sample concentration is greater than 30 mg/L PO_4^{3-}, read at exactly 7 minutes or make a 1:1 dilution of the sample and repeat the test.



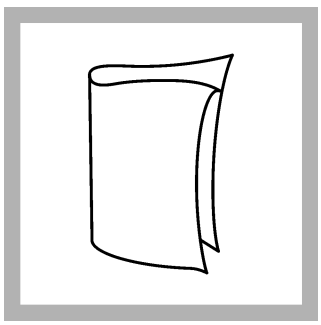
5. A la fin de la minuterie, nettoyez l'ampoule AccuVac de blanc.



6. Insérez l'ampoule AccuVac de blanc dans le porte-cuve.

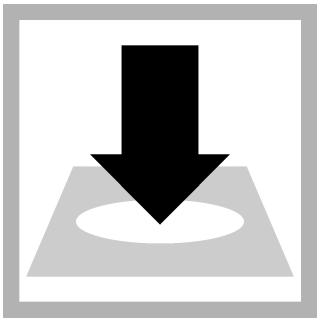


7. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0.0 mg/L PO_4^{3-}.

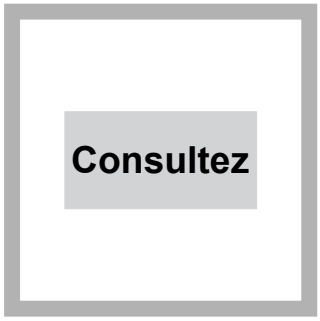


8. Nettoyez l'ampoule AccuVac.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



10. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/L PO_4^{3-}.

Interférences

Le Tableau 3 indique les interférences et leurs niveaux. Le Tableau 4 indique les substances qui n'interfèrent pas aux niveaux indiqués, ou en dessous de ceux-ci.

Tableau 3 Substances interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Arséniate	Crée une interférence positive lorsque l'échantillon est chaud pendant l'ajout de réactif. The sample can be gently warmed to room temperature without interference.
Fer ferreux	Génère une couleur bleue qui interfère à plus de 100 mg/l
Molybdate	Interférence négative à plus de 1 000 mg/l
Silice	Crée une interférence positive lorsque l'échantillon est chaud pendant l'ajout de réactif. The sample can be gently warmed to room temperature without interference.
Sulfure	Interférence négative. Corrigez cette interférence comme suit : **1.** Mesurez 50 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer. **2.** Ajoutez de l'eau de brome au compte-gouttes avec une rotation constante jusqu'à ce qu'une coloration jaune permanente persiste. **3.** Ajoutez de la solution de phénol au compte-gouttes jusqu'à ce que la couleur jaune disparaisse. Utilisez cet échantillon au cours de la procédure d'analyse.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. The pH should be approximately 7.
Fluorure, thorium, bismuth, thiosulfate ou thiocyanate	Interférence négative
Température	Les températures inférieures à 20 °C (68 °F) entraînent une interférence négative. Les températures au-dessus de 25 °C (77 °F) entraînent une interférence positive. The sample can be gently warmed to room temperature without interference.

Tableau 4 Substances qui n'interfèrent pas en dessous de 1 000 mg/l

Pyrophosphate	Tétraborate	Séléniate	Benzoate
Citrate	Oxalate	Lactate	Tartrate
Formiate	Salicylate	Al^{3+}	Fe^{3+}
Mg^{2+}	Ca^{2+}	Ba^{2+}	Sr^{2+}
Li^{+}	Na^{+}	K^{+}	NH_4^{+}
Cd^{2+}	Mn^{2+}	NO_3^{-}	NO_2^{-}

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 4 Substances qui n'interfèrent pas en dessous de 1 000 mg/l (suite)

SO_4^{2-}	SO_3^{2-}	Pb^{2+}	Hg^{+}
Hg^{2+}	Sn^{2+}	Cu^{2+}	Ni^{2+}
Ag^{+}	U^{4+}	Zr^{4+}	AsO_3^{-}
Br^{-}	CO_3^{2-}	ClO_4^{-}	CN^{-}
IO_3^{-}	SiO_4^{4-}	—	—

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Phosphate standard solution, 500 mg/L PO_4^{3-} ampule
- Ampule breaker
- Pipet, TenSette®, 0.1–1.0 mL and tips
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0.1 mL, 0.2 mL and 0.3 mL de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25-mL. Mélangez bien.

   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0.1 mL, 0.2 mL and 0.3 mL de la solution étalon à trois nouveaux échantillons de 25-mL.*
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- 10-mg/L Phosphate Standard Solution

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
480	30.0 mg/L PO_4^{3-}	29.6–30.4 mg/L PO_4^{3-}	0.3 mg/L PO_4^{3-}
482	30.0 mg/L PO_4^{3-}	29.7–30.3 mg/L PO_4^{3-}	0.3 mg/L PO_4^{3-}

Résumé de la méthode

In the molybdovanadate method, orthophosphate reacts with molybdate in an acid medium to produce a mixed phosphate/molybdate complex. In the presence of vanadium, yellow molybdovanadophosphoric acid is formed. The intensity of the yellow color is proportional to the phosphate concentration. La longueur d'onde de mesure est de 430 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Remarque : *Les numéros de référence de produit et d'article peuvent dépendre des régions de commercialisation. Prenez contact avec le distributeur approprié ou consultez le site web de la société pour connaître les personnes à contacter.*

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution de réactif vanadomolybdique	1,0 ml	100 ml CGG	2076032
OU			
Réactif vanadomolybdique, ampoules AccuVac®	2	Lot de 25	2525025
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Solution étalon de phosphate, 10 mg/l en PO_4	946 ml	1420416
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Système de vidange AccuVac®	1	4103600
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	2088640
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Solution étalon de phosphate, 3 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	2059716
Solution étalon de phosphate, 15 mg/l en PO_4^{3-}	100 ml	1424342
Solution étalon de phosphate, 30 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1436716
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 100 mg/l en PO_4	100 ml	1436832
Solution étalon de phosphate, 500 mg/l en PO_4	100 ml	1424232
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Phosphore réactif (orthophosphate)

DOC316.53.01116

Méthode vanadomolybdique[1] **Méthode 8114**

1,0 à 100,0 mg/l PO_4^{3-} (gamme haute) **Tubes Test 'N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.

[1] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.

Le tube de blanc qui est préparé pendant la procédure d'analyse peut être utilisé plusieurs fois. A température ambiante, le blanc de réactif reste stable pendant un maximum de trois semaines. Préparez un nouveau tube de blanc lorsqu'un nouveau lot de réactif est utilisé.

Le temps de réaction de 7 minutes de la procédure d'analyse se rapporte à des échantillons qui sont à 23 °C (73 °F). Si la température de l'échantillon est de 13 °C (55 °F), attendez 15 minutes. Si la température de l'échantillon est de 33 °C (91 °F), attendez 2 minutes.

Le réactif intervenant dans cette analyse est corrosif. Utilisez des équipements de protection pour la peau et les yeux et tenez-vous prêt à nettoyer les débordements à l'eau courante.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

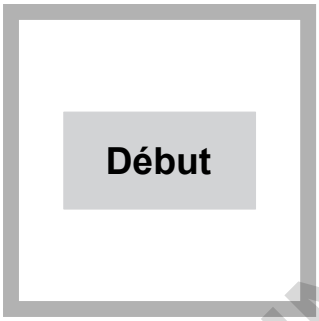
Description	Quantité
Tubes Test 'N Tube pour le phosphore réactif gamme haute	1
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Portoir de tubes à essai	1
Eau désionisée	5 ml

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

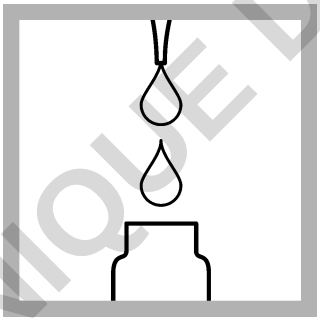
- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Méthode vanadomolybdique pour Test 'N Tubes

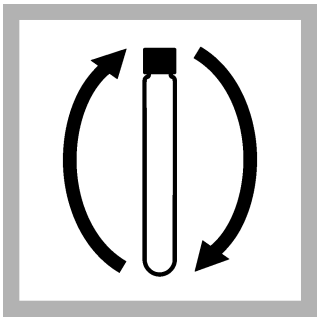


1. Lancez le programme **540 P React. HR TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

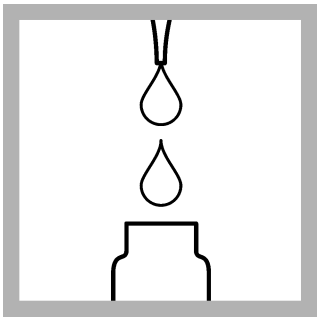
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : ajoutez 5,0 ml d'eau désionisée dans un tube Test 'N Tube pour le phosphore réactif gamme haute.

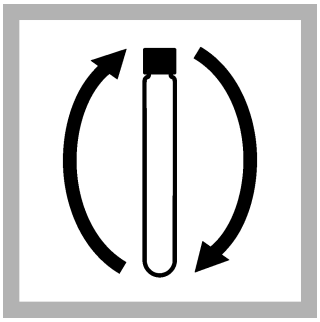


3. Bouchez le tube. Retournez pour assurer le mélange.



4. Préparation de l'échantillon : ajoutez 5,0 ml d'échantillon dans un deuxième tube Test 'N Tube pour le phosphore réactif gamme haute.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

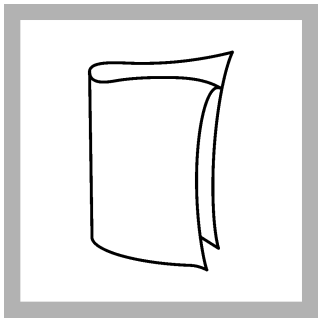


5. Bouchez le tube. Retournez pour assurer le mélange.

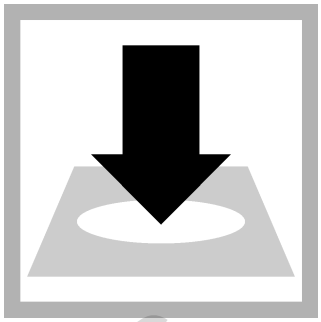


6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 7 minutes commence.

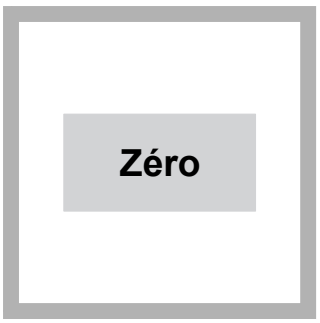
Mesurez l'échantillon préparé moins de deux minutes après la fin du minuteur.



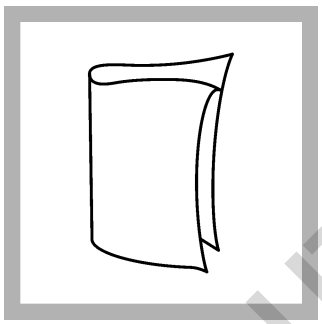
7. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



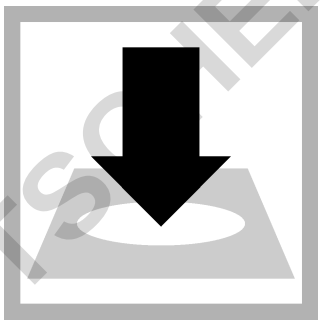
8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l PO_4^{3-}.



10. Nettoyez le tube d'échantillon.



11. Insérez le tube d'échantillon dans le porte-cuve de 16 mm.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l PO_4^{3-}.

Interférences

Le Tableau 2 indique les interférences et leurs niveaux. Le Tableau 3 indique les substances qui n'interfèrent pas aux niveaux indiqués, ou en dessous de ceux-ci.

Tableau 2 Substances interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Arséniate	Crée une interférence positive lorsque l'échantillon est chaud pendant l'ajout de réactif. L'échantillon peut être ramené doucement à la température ambiante sans interférence.
Fer ferreux	Génère une couleur bleue qui interfère à plus de 100 mg/l
Molybdate	Interférence négative à plus de 1 000 mg/l
Silice	Crée une interférence positive lorsque l'échantillon est chaud pendant l'ajout de réactif. L'échantillon peut être ramené doucement à la température ambiante sans interférence.
Sulfure	Crée une interférence négative. Corrigez cette interférence comme suit : **1.** Mesurez 50 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer. **2.** Ajoutez de l'eau de brome goutte par goutte avec une rotation constante jusqu'à ce qu'une coloration jaune permanente persiste. **3.** Ajouter la solution de phénol au goutte à goutte jusqu'à ce que la couleur jaune disparaisse. Utilisez cet échantillon au cours de la procédure d'analyse.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 2 Substances interférentes (suite)

Substance interférente	Niveau d'interférence
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Le pH doit être d'environ 7.
Fluorure, thorium, bismuth, thiosulfate ou thiocyanate	Interférence négative
Température	Les températures inférieures à 20 °C (68 °F) entraînent une interférence négative. Les températures au-dessus de 25 °C (77 °F) entraînent une interférence positive. L'échantillon peut être ramené doucement à la température ambiante sans interférence.

Tableau 3 Substances qui n'interfèrent pas en dessous de 1 000 mg/l

Pyrophosphate	Tétraborate	Séléniate	Benzoate
Citrate	Oxalate	Lactate	Tartrate
Formiate	Salicylate	Al^{3+}	Fe^{3+}
Mg^{2+}	Ca^{2+}	Ba^{2+}	Sr^{2+}
Li^{+}	Na^{+}	K^{+}	NH_4^{+}
Cd^{2+}	Mn^{2+}	NO_3^{-}	NO_2^{-}
SO_4^{2-}	SO_3^{2-}	Pb^{2+}	Hg^{+}
Hg^{2+}	Sn^{2+}	Cu^{2+}	Ni^{2+}
Ag^{+}	U^{4+}	Zr^{4+}	AsO_3^{-}
Br^{-}	CO_3^{2-}	ClO_4^{-}	CN^{-}
IO_3^{-}	SiO_4^{4-}	—	—

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de 10 ml de solution étalon de phosphate, 500 mg/l PO_4^{3-}
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 10 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.

7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon à 50 mg/l PO_4^{3-}

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
540	50,0 mg/l PO_4^{3-}	49,1–50,9 mg/l PO_4^{3-}	0,7 mg/l PO_4^{3-}

Résumé de la méthode

L'orthophosphate réagit avec le molybdate dans un milieu acide pour produire un complexe mixte de phosphate/molybdate. Le vanadium forme de l'acide molybdovanadophosphorique avec une coloration jaune. L'intensité de la couleur jaune est proportionnelle à la concentration en phosphate. Les résultats des analyses sont mesurés à 420 nm.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du mobdylène et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif Test 'N Tube™ pour phosphore réactif gamme haute	—	50 tubes	2767345
Inclut :			
Tubes Test 'N Tube pour le phosphore réactif, gamme haute (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—
Eau désionisée	varie	100 ml	27242

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l en PO_4^{3-}	500 ml	17149
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de silice, 1 mg/l SiO_2	500 ml	110649
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Compte-gouttes, PEBD, 0,5 à 1,0 ml	Lot de 20	2124720
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076
Filtre, papier, plié, 3–5 microns, 12,5 cm	Lot de 100	69257
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Bécher, 50 ml	1	50041H
Protections des doigts	Lot de 2	1464702

Etalons en option

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, 3 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	2059716
Solution étalon de phosphate, 10 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1420416
Solution étalon de phosphate, 15 mg/l en PO_4^{3-}	100 ml	1424342
Solution étalon de phosphate, 30 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1436716
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 100 mg/l en PO_4	100 ml	1436832
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Solution étalon de phosphate, 500 mg/l en PO_4	100 ml	1424232

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Phosphore, hydrolyse acide

DOC316.53.01110

USEPA[1] - Méthode de minéralisation à l'acide[2] — Méthode 8180

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Agréée par l'USEPA pour les analyses d'eaux résiduaires.
[2] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires) 4500-P B & E.

Préparation du test

Avant de commencer

Nettoyez tout le matériel en verre avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2), puis rincez soigneusement à l'eau désionisée pour supprimer tous contaminants.
Le résultat de l'analyse du Phosphore réactif après minéralisation par hydrolyse acide comprendra l'orthophosphate, plus le Phosphate condensé hydrolysable par l'acide. La concentration de phosphate condensé s'obtient en soustrayant du résultat le résultat d'une analyse d'orthophosphate sans minéralisation des résultats avec minéralisation. Assurez-vous que les résultats sont dans les mêmes unités, à savoir mg/l PO_4^{3-} ou mg/l P. Pour déterminer la concentration de phosphore organique, soustrayez le résultat d'une analyse par hydrolyse acide des résultats d'une analyse de phosphore total.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

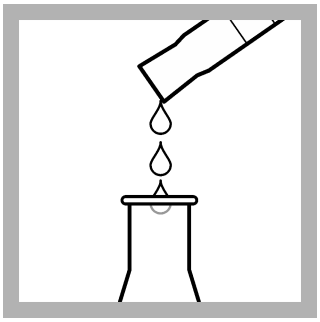
Description	Quantité
Solution d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	2 ml
Solution d'acide sulfurique, 5,25 N	2 ml
Eau désionisée	varie
Eprouvette graduée, 25 ml	1
Erlenmeyer, 125 ml	1
Plaque chauffante	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 3 pour les informations de commande.

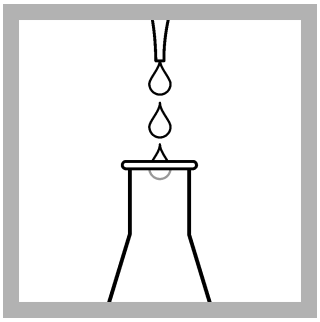
Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

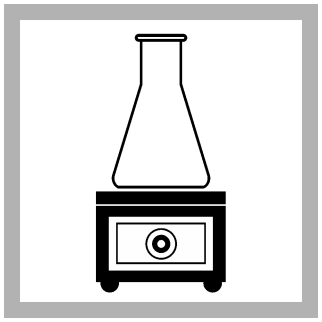
Minéralisation acide



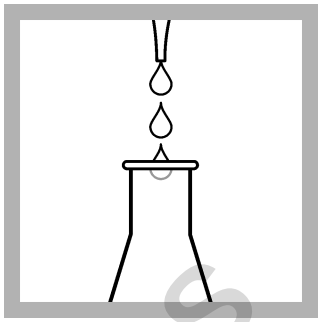
1. Avec une éprouvette graduée, mesurez 25 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 125 ml.



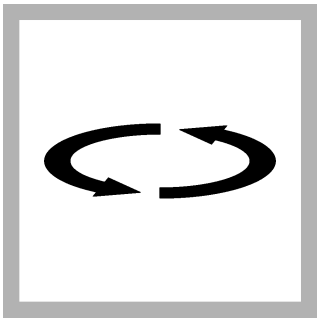
2. Ajoutez 2,0 ml de solution d'acide sulfurique 5,25 N dans le flacon.



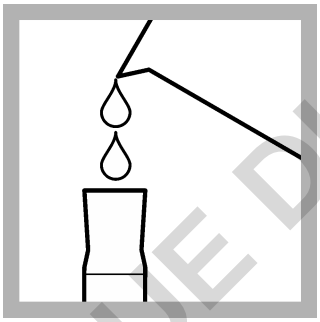
3. Faites bouillir doucement l'échantillon pendant 30 minutes. Ne laissez pas le flacon s'assécher.
Pour une meilleure reprise, concentrez l'échantillon à moins de 20 ml. Après la concentration, maintenez le volume de l'échantillon à 20 ml environ en ajoutant de petites quantités d'eau désionisée. Ne dépassez pas 20 ml.



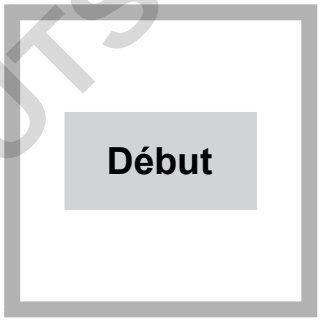
4. Laissez l'échantillon revenir à la température ambiante. Ajoutez 2,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium 5,0 N dans le flacon.



5. Faites tourner pour mélanger.



6. Versez l'échantillon dans une éprouvette graduée de 25 ml. Ajustez le volume à 25 ml en rinçant le flacon à l'eau désionisée, et en versant l'eau de rinçage dans l'éprouvette.



7. Effectuez une analyse du phosphore réactif de la gamme prévue de concentration de Phosphore après hydrolyse acide.

- 480 P React. Mo
- 482 P React. Mo AV
- 485 P React. Amino
- 490 P React. PV
- 492 P React. PV AV
- 535 P React. PV TNT
- 540 P React. HT TNT

Prolongez le temps de développement de la couleur à 10 minutes pour la méthode PhosVer 3.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Echantillons alcalins ou fortement tamponnés	Si le pH de l'échantillon après ajout de l'acide n'est pas inférieur à pH 1, ajoutez de l'acide.
Turbidité	Utilisez 50 ml d'échantillon et doublez les quantités de réactif. Utilisez une partie de l'échantillon minéralisé pour régler le zéro de l'appareil au cours de la procédure pour le phosphore réactif. Ceci compense les pertes de couleur ou de turbidité imputables à cette procédure.

Résumé de la méthode

Les phosphates présents sous des formes inorganiques condensées (méta-, pyro- et autres polyphosphates) doivent être convertis en orthophosphate réactif avant l'analyse. Le prétraitement de l'échantillon à l'acide et à la chaleur hydrolyse les formes inorganiques condensées en orthophosphates. Cette procédure doit être suivie par l'une des méthodes d'analyse au phosphore réactif (orthophosphate) afin de déterminer le contenu en phosphore de l'échantillon. Si vous utilisez la méthode à l'acide ascorbique (PhosVer 3) pour mesurer le phosphore réactif, cette méthode est agréée par l'USEPA pour les rapports NPDES.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	2 ml	100 ml CGG	245032
Solution d'acide sulfurique, 5,25 N	2 ml	100 ml CGG	244932
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 25 ml	1	1	50840
Erlenmeyer, 125 ml	2	1	50543
Plaque chauffante, 7 x 7 pouces, numérique, 120 V c.a.	1	1	2881500
Plaque chauffante, agitateur, 220–240 V c.a.	1	1	2881602

Accessoires nécessaires (applications de terrain)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Heatab Cookit, avec 1 boîte Heatab	—	1	220600
Rechange Heatab	—	Lot de 21	220700

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	1 l	245053
Acide sulfurique, concentré, ACS	500 ml	97949
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Filtre, papier, plié, 3–5 microns, 12,5 cm	Lot de 100	69257
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367

Réactifs et accessoires en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Phosphore, hydrolyse acide

DOC316.53.01111

Méthode PhosVer® 3 avec hydrolyse acide **Méthode 8180**

0,06 à 3,50 mg/l PO_4^{3-} **Tubes Test 'N Tube™**

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.

Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

Nettoyez tout le matériel en verre avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2), puis rincez soigneusement à l'eau désionisée pour supprimer tous contaminants.

Le réactif intervenant dans cette analyse est corrosif. Utilisez des équipements de protection pour la peau et les yeux et tenez-vous prêt à nettoyer les débordements à l'eau courante.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Kit de réactif pour phosphore, hydrolyse acide et totale	1
Réacteur DRB200	1

Eléments à préparer (suite)

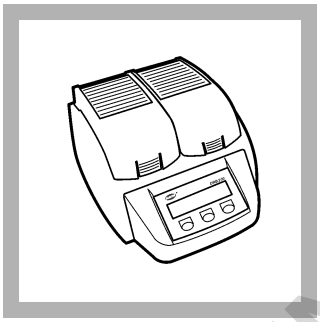
Description	Quantité
Entonnoir, micro	1
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Portoir de tubes à essai	1
Eau désionisée	varie

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

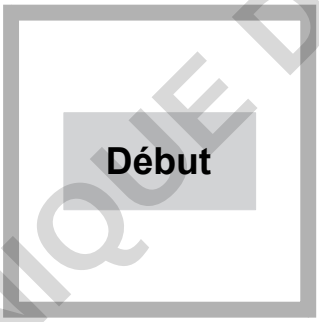
Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse immédiate est impossible, filtrez aussitôt le contenu et conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Hydrolyse acide, procédure Test 'N Tube

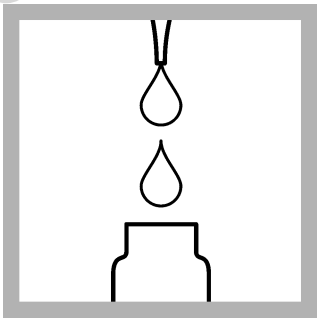


1. Mettez en marche le réacteur DRB200. Faites-le préchauffer à 150 °C. Reportez-vous au manuel DRB200.

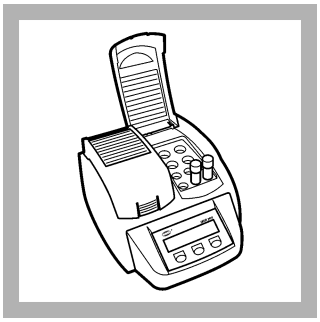


2. Lancez le programme **536 P Total/AH PV TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



3. Ajoutez 5,0 ml d'échantillon dans le tube d'hydrolyse acide et totale. Bouchez le tube et mélangez son contenu.

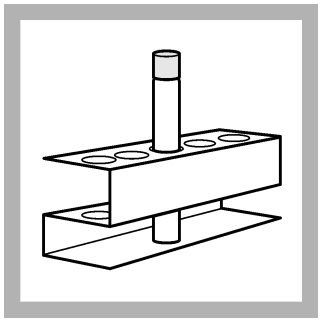


4. Insérez le tube dans le réacteur. Fermez le réacteur.

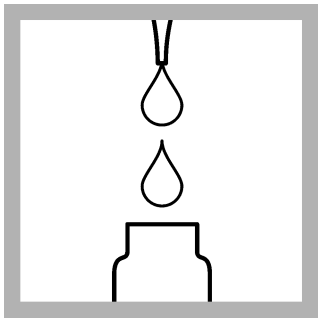
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



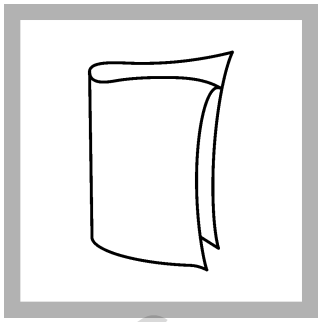
5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 30 minutes commence.



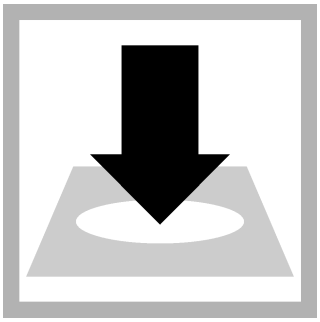
6. A la fin de la minuterie, retirez soigneusement le tube du réacteur. Placez le tube dans un portoir. Laissez le tube revenir à la température ambiante.



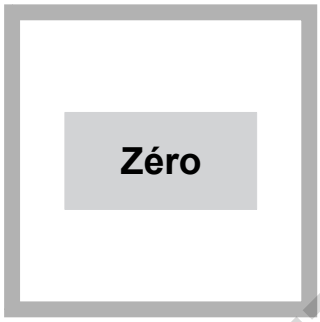
7. Ajoutez 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium 1,00 N dans le tube. Bouchez le tube et agitez-le pour mélanger son contenu.



8. Nettoyez le tube.



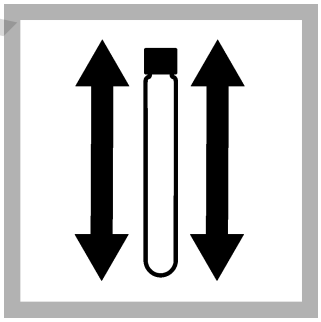
9. Insérez le tube dans le porte-cuve de 16 mm.



10. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l PO_4^{3-}.



11. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre PhosVer 3 dans le tube.

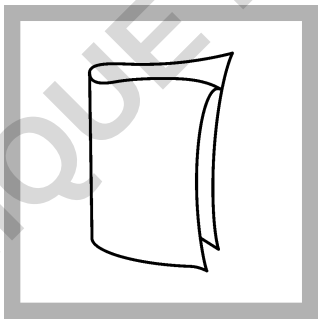


12. Bouchez le tube. Agitez pendant 20 à 30 secondes. La poudre ne se dissout pas complètement.

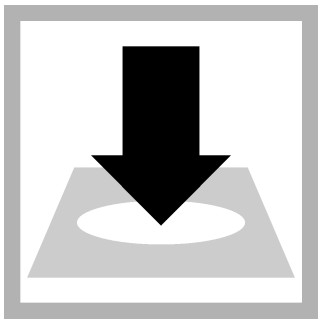


13. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.

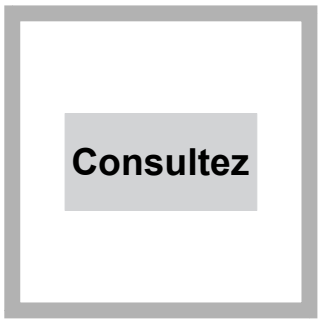
Lisez les résultats entre deux et huit minutes après avoir ajouté le réactif PhosVer 3.



14. Nettoyez le tube.



15. Insérez le tube dans le porte-cuve de 16 mm.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l PO_4^{3-}.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	Au-dessus de 200 mg/l
Arséniate	Interfère à tous les niveaux
Chrome	Au-dessus de 100 mg/l

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Cuivre	Au-dessus de 10 mg/l
Sulfure	Sulfure à une concentration supérieure à 9 mg/l. Eliminez l'interférence du sulfure de la manière suivante : **1.** Mesurez 25 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. **2.** Ajoutez de l'eau de brome goutte par goutte avec une rotation constante jusqu'à ce qu'une coloration jaune permanente persiste. **3.** Ajoutez de la solution de phénol goutte par goutte en la faisant tourner constamment jusqu'à ce que la couleur jaune disparaisse. Utilisez cet échantillon au cours de la procédure d'analyse.
Fer	Au-dessus de 100 mg/l
Nickel	Au-dessus de 300 mg/l
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.
Silice	Au-dessus de 50 mg/l
Silicate	Au-dessus de 10 mg/l
Turbidité ou couleur	Les échantillons présentant une forte turbidité peuvent présenter des résultats incohérents. L'acide du réactif peut dissoudre une partie des particules en suspension et entraîner la désorption variable d'orthophosphate des particules.
Zinc	Au-dessus de 80 mg/l

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon de phosphate de 2 ml, 50 mg/l en PO_4^{3-}
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de phosphate à 3,0 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
536	3,00 mg/l PO_4^{3-}	2,93–3,07 mg/l PO_4^{3-}	0.06 mg/l PO_4^{3-}

Résumé de la méthode

Les phosphates sous formes organiques et inorganiques condensées (méta-, pyro- et autres polyphosphates) sont convertis en orthophosphate réactif avant l'analyse. L'échantillon est prétraité à l'acide et à la chaleur pour hydrolyser les formes inorganiques non condensées en orthophosphate. L'orthophosphate réagit avec le molybdate dans un milieu acide pour produire un complexe mixte de phosphate/molybdate. L'acide ascorbique permet ensuite de réduire le complexe, ce qui donne une couleur bleu de molybdène intense. La longueur d'onde de mesure est de 880 nm (DR 1900 : 710 nm) pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du mobdylène et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	100 ml	27242
Kit de réactif pour phosphore hydrolysable total et acide	—	50 analyses	2742745
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif pour phosphate PhosVer® 3, 10 ml	1	Lot de 50	2106046
Sachet de poudre de persulfate de potassium	1 sachet	Lot de 50	2084766
Hydroxyde de sodium, 1,54 N	varie	100 ml	2743042

Consommables et éléments de rechange (suite)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 1,00 N	2 ml	100 ml	104542
Tubes à essai pour hydrolyse acide et totale (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Pipette, jaugée, classe A, 2,00 ml	1	1	1451536
Pipette, jaugée, classe A, 5,00 ml	1	1	1451537
Pro-pipette	1	1	1465100
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	2	Lot de 250	2199725
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Mélange d'étalon d'eau potable, produits inorganiques contenant F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 ml	2833049
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 1 mg/l en PO_4^{3-}	500 ml	256949
Solution étalon de phosphate, 3 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	2059716
Mélange d'étalon pour effluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, COT	500 ml	2833249

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Filtre, papier, plié, 3–5 microns, 12,5 cm	Lot de 100	69257
Entonnoir, poly, 65 mm	1	108367
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Bécher, 50 ml	1	50041H

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Etalons en option

Description	Unité	Réf.
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Solution étalon de phosphate, 3 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	2059716
Solution étalon de phosphate, 10 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1420416
Solution étalon de phosphate, 15 mg/l en PO_4^{3-}	100 ml	1424342
Solution étalon de phosphate, 30 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1436716
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 100 mg/l en PO_4	100 ml	1436832
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Solution étalon de phosphate, 500 mg/l en PO_4	100 ml	1424232

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Phosphore, total, minéralisation

DOC316.53.01112

USEPA[1] - Méthode de minéralisation au persulfate acide[2] — Méthode 8190

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Agréée par l'USEPA pour les analyses d'eau résiduaire lorsqu'elle est utilisée avec la méthode à l'acide ascorbique (PhosVer 3).
[2] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires) 4500-P B & E.

Préparation du test

Avant de commencer

Nettoyez tout le matériel en verre avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2), puis rincez soigneusement à l'eau désionisée pour supprimer tous contaminants.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

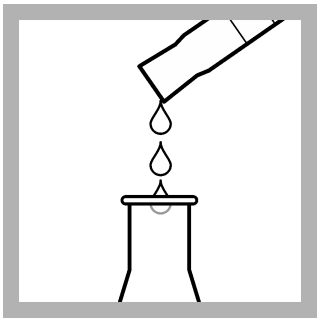
Description	Quantité
Sachet de poudre de persulfate de potassium	1
Solution d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	2 ml
Solution d'acide sulfurique, 5,25 N	2 ml
Eau désionisée	varie
Eprouvette graduée, 25 ml	1
Erlenmeyer, 125 ml	1
Plaque chauffante	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 4 pour les informations de commande.

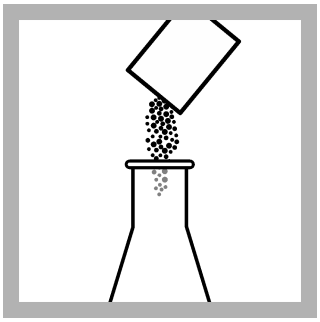
Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

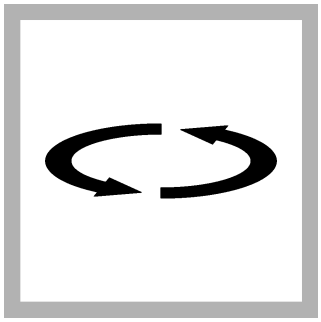
Procédure de minéralisation au persulfate acide



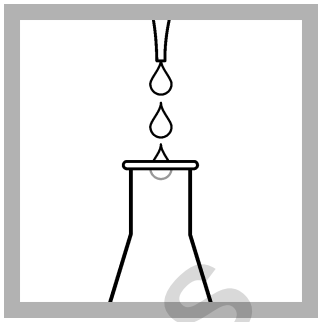
1. Avec une éprouvette graduée, mesurez 25 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 125 ml.



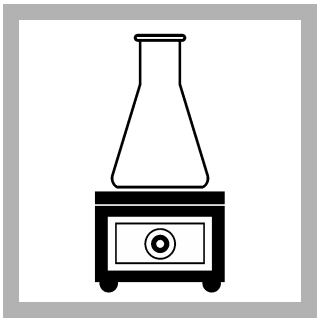
2. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate de potassium.



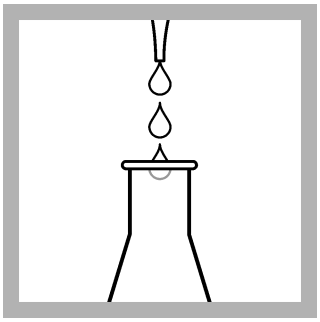
3. Faites tourner pour mélanger.



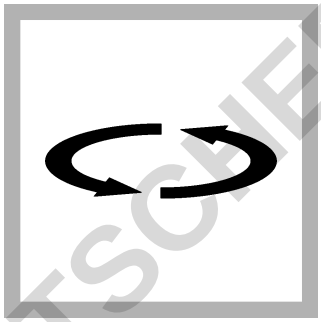
4. Ajoutez 2,0 ml de solution d'acide sulfurique 5,25 N dans le flacon.



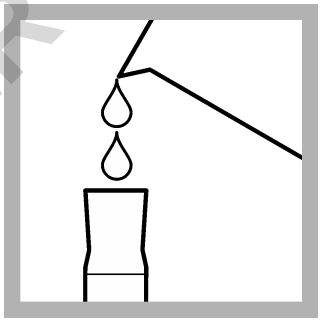
5. Faites bouillir doucement l'échantillon pendant 30 minutes. Ne laissez pas le flacon s'assécher. Pour une meilleure reprise, concentrez l'échantillon à moins de 20 ml. Après la concentration, maintenez le volume de l'échantillon à 20 ml environ en ajoutant de petites quantités d'eau désionisée. Ne dépassez pas 20 ml.



6. Laissez l'échantillon revenir à la température ambiante. Ajoutez 2,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium 5,0 N dans le flacon.

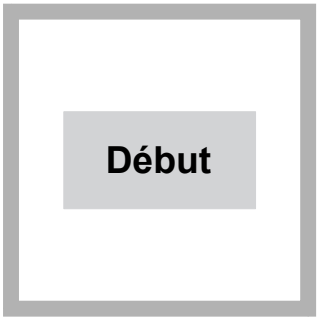


7. Faites tourner pour mélanger.



8. Versez l'échantillon dans une éprouvette graduée de 25 ml. Ajustez le volume à 25 ml en rinçant le flacon à l'eau désionisée, et en versant l'eau de rinçage dans l'éprouvette.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Effectuez une analyse du phosphore réactif pour évaluer la gamme attendue de concentration du phosphore total.

- 480 P React. Mo
- 482 P React. Mo AV
- 485 P React. Amino
- 490 P React. PV
- 492 P React. PV AV
- 535 P React. PV TNT
- 540 P React. HT TNT

Prolongez le temps de développement de la couleur à 10 minutes pour la méthode PhosVer 3.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Echantillons alcalins ou fortement tamponnés	Si le pH de l'échantillon après ajout de l'acide n'est pas inférieur à pH 1, ajoutez de l'acide.
Turbidité	Utilisez 50 ml d'échantillon et doublez les quantités de réactif. Utilisez une partie de l'échantillon minéralisé pour régler le zéro de l'appareil au cours de la procédure pour le phosphore réactif. Ceci compense les pertes de couleur ou de turbidité imputables à cette procédure.

Résumé de la méthode

Les phosphates présents sous des formes organiques et inorganiques condensées (méta-, pyro- et autres polyphosphates) doivent être convertis en orthophosphate réactif avant l'analyse. Le prétraitement de l'échantillon à l'acide et la chaleur procure les conditions pour l'hydrolyse des formes inorganiques condensées. Les phosphates organiques sont convertis en orthophosphate par chauffage avec de l'acide et du persulfate. Les phosphates à liaison organique sont ainsi déterminés de façon indirecte en soustrayant le résultat d'une analyse au phosphore hydrolysable acide du résultat pour le phosphore total. Cette procédure doit être suivie par l'une des méthodes d'analyse au phosphore réactif (orthophosphate) afin de déterminer le contenu en phosphore de l'échantillon. Si vous utilisez la méthode à l'acide ascorbique (PhosVer 3) pour mesurer le phosphore réactif, cette méthode est agréée par l'USEPA pour les rapports NPDES.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de persulfate de potassium	1	Lot de 100	245199
Solution d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	2 ml	100 ml CGG	245032
Solution d'acide sulfurique, 5,25 N	2 ml	100 ml CGG	244932
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette graduée, 25 ml	1	1	50840
Erlenmeyer, 125 ml	2	1	50543
Plaque chauffante, 7 x 7 pouces, numérique, 120 V c.a.	1	1	2881500
Plaque chauffante, agitateur, 220–240 V c.a.	1	1	2881602

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	1 l	245053
Acide sulfurique, concentré, ACS	500 ml	97949
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Phosphore, total

DOC316.53.01121

USEPA[1] - Méthode de minéralisation PhosVer® 3 au persulfate acide — Méthode 8190

0,06 à 3,50 mg/l PO_4^{3-} (0,02 à 1,10 mg/l P) — Tubes Test 'N Tube™

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Agréée par l'USEPA pour les rapports d'analyse des eaux résiduaires (méthodes standard 4500-P E).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).

DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.

Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.

La gamme d'analyse du phosphate total est limitée de 0,06 à 3,5 mg/l PO_4^{3-}. Les analyses dont le résultat est supérieur à 3,5 mg/l permettent d'estimer les rapports de dilution, mais ne doivent PAS être utilisées comme base pour les rapports. Si le résultat est supérieur à 3,5 mg/l, diluez l'échantillon et répétez la minéralisation, ainsi que l'analyse colorimétrique.

Nettoyez tout le matériel en verre avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2), puis rincez soigneusement à l'eau désionisée pour supprimer tous contaminants.

Le réactif intervenant dans cette analyse est corrosif. Utilisez des équipements de protection pour la peau et les yeux et tenez-vous prêt à nettoyer les débordements à l'eau courante.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Kit de réactif Test 'N Tube pour phosphore total	1
Réacteur DRB200	1
Entonnoir, micro	1
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Portoir de tubes à essai	1
Eau désionisée	varie

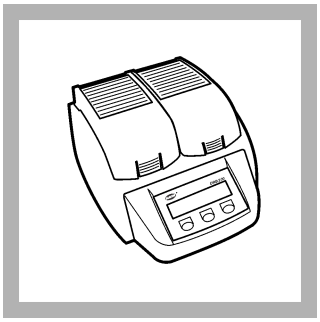
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

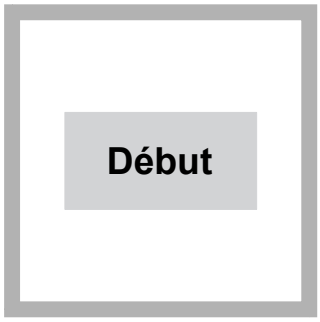
- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique au 1/2 et rincés à l'eau désionisée.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Minéralisation au persulfate acide pour Test 'N Tubes

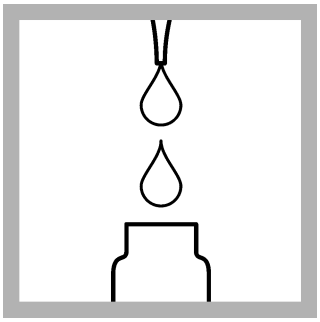


1. Mettez en marche le réacteur DRB200. Faites-le préchauffer à 150 °C. Reportez-vous au manuel DRB200.

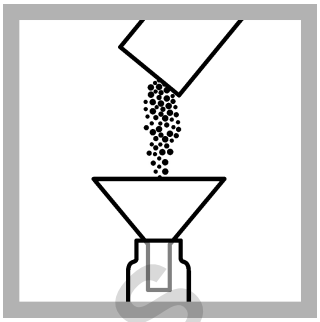


2. Lancez le programme **536 P Total/AH PV TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

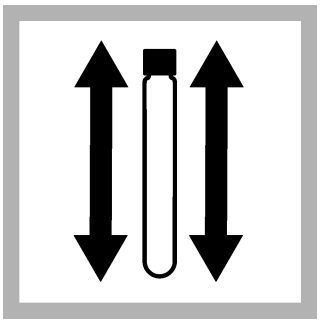
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



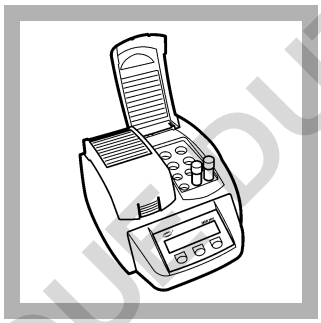
3. Ajoutez 5,0 ml d'échantillon dans le tube d'analyse du phosphore total.



4. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate de potassium pour le phosphonate dans le tube.



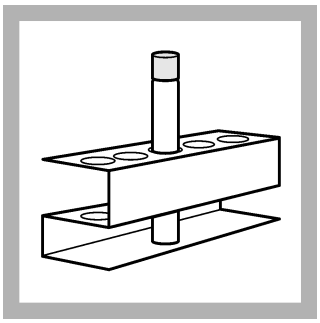
5. Bouchez le tube. Agitez-le pour dissoudre la poudre.



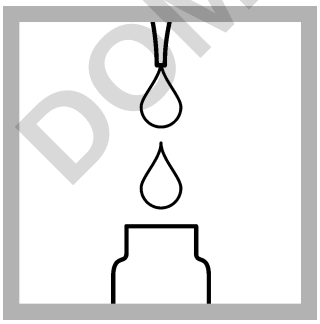
6. Insérez le tube dans le réacteur. Fermez le réacteur.



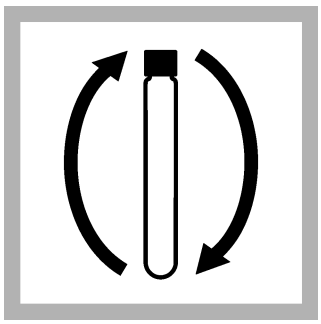
7. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 30 minutes commence.



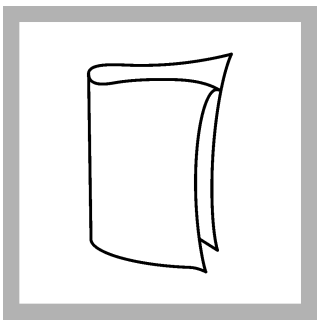
8. A la fin de la minuterie, retirez soigneusement le tube du réacteur. Placez le tube dans un portoir. Laissez le tube revenir à la température ambiante.



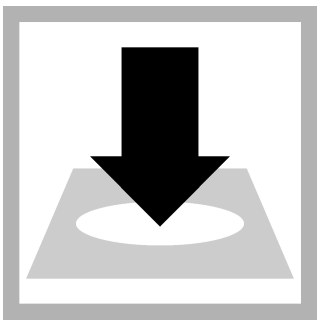
9. Ajoutez 2 ml de solution étalon d'hydroxyde de sodium 1,54 N dans le tube.



10. Bouchez le tube. Retournez pour assurer le mélange.

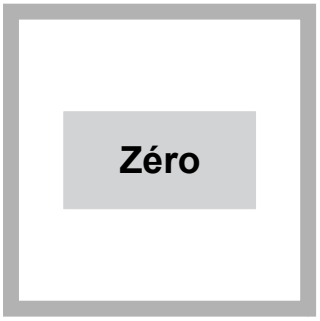


11. Nettoyez le tube.

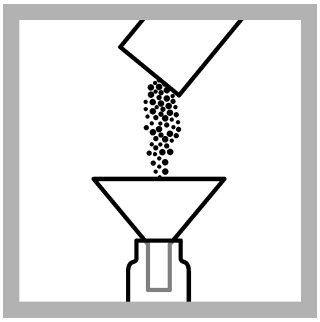


12. Insérez le tube dans le porte-cuve de 16 mm.

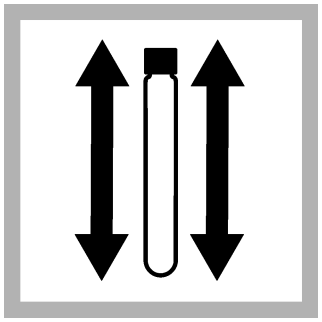
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l PO_4^{3-}.



14. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre PhosVer 3 dans le tube.

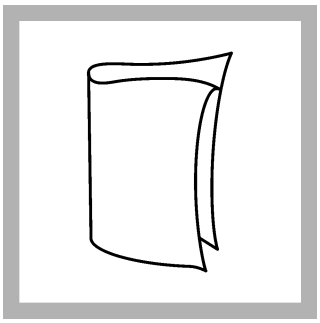


15. Bouchez le tube. Agitez le tube pour mélanger son contenu pendant 20–30 secondes. La poudre ne se dissout pas complètement.

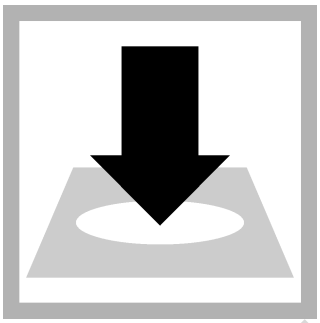


16. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.

Mesurez l'échantillon entre deux et huit minutes après la fin du minuteur.



17. Nettoyez le tube.



18. Insérez le tube dans le porte-cuve de 16 mm.



19. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l PO_4^{3-}.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	Au-dessus de 200 mg/l
Arséniate	Interfère à tous les niveaux
Chrome	Au-dessus de 100 mg/l
Cuivre	Au-dessus de 10 mg/l
Sulfure	Au-dessus de 90 mg/l
Fer	Au-dessus de 100 mg/l
Nickel	Au-dessus de 300 mg/l
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.
Silice	Au-dessus de 50 mg/l
Silicate	Au-dessus de 10 mg/l
Turbidité ou couleur	Les échantillons présentant une forte turbidité peuvent présenter des résultats incohérents. L'acide du réactif peut dissoudre une partie des particules en suspension et entraîner la désorption variable d'orthophosphate des particules.
Zinc	Au-dessus de 80 mg/l

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon de phosphate de 10 ml, 50 mg/l en PO_4^{3-}
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de phosphate à 3,0 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
536	3,00 mg/l PO_4^{3-}	2,93–3,07 mg/l PO_4^{3-}	0.06 mg/l PO_4^{3-}

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Résumé de la méthode

Les phosphates présents sous des formes organiques et inorganiques condensées (méta-, pyro- et autres polyphosphates) doivent être convertis en orthophosphate réactif avant l'analyse. Le prétraitement de l'échantillon à l'acide et la chaleur procure les conditions pour l'hydrolyse des formes inorganiques condensées. Les phosphates organiques sont convertis en orthophosphates par chauffage avec de l'acide et du persulfate. L'orthophosphate réagit avec le molybdate dans un milieu acide pour produire un complexe mixte de phosphate/molybdate. L'acide ascorbique permet ensuite de réduire le complexe, ce qui donne une couleur bleu de molybdène intense. La longueur d'onde de mesure est de 880 nm (DR 1900 : 710 nm) pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du mobdylène et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	100 ml	27242
Kit de réactif Test 'N Tube™ pour phosphore total	1	50 analyses	2742645
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif pour phosphate PhosVer® 3, 10 ml	1	Lot de 50	2106046
Sachet de poudre de persulfate de potassium	1 sachet	Lot de 50	2084766
Hydroxyde de sodium, 1,54 N	varie	100 ml	2743042
Tubes à essai pour hydrolyse acide et totale (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Ecran protecteur de la lumière, DR 3900	1	1	LZV849
Ecran protecteur de la lumière, DR 3800, DR 2800, DR 2700	1	1	LZV646
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	2	Lot de 250	2199725
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Mélange d'étalon d'eau potable, produits inorganiques contenant F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 ml	2833049
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l, ampoules Voluette® de 10 ml	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 1 mg/l en PO_4^{3-}	500 ml	256949

Accessoires et étalons recommandés (suite)

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, 3 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	2059716
Mélange d'étalon pour effluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, COT	500 ml	2833249
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Pipette, jaugée, classe A, 2 ml	1	1451536
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	1 l	245053
Acide sulfurique, concentré, ACS	500 ml	97949
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Eau désionisée	4 l	27256
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Protections des doigts	Lot de 2	1464702

Etalons en option

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, 10 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1420416
Solution étalon de phosphate, 15 mg/l en PO_4^{3-}	100 ml	1424342
Solution étalon de phosphate, 100 mg/l en PO_4	100 ml	1436832
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Solution étalon de phosphate, 500 mg/l en PO_4	100 ml	1424232

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Phosphore, total

DOC316.53.01123

Méthode de minéralisation vanadomolybdique au persulfate acide[1] — Méthode 10127

1,0 à 100,0 mg/l PO_4^{3-} (gamme haute) — Tubes Test 'N Tube™

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.

[1] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (méthodes de référence d'analyse de l'eau et des eaux résiduaires), (4500 B-C).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Les blancs de réactif peuvent être utilisés plusieurs fois, mais à raison d'une seule fois par jour.
Le réactif intervenant dans cette analyse est corrosif. Utilisez des équipements de protection pour la peau et les yeux et tenez-vous prêt à nettoyer les débordements à l'eau courante.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Kit de réactif Test 'N Tube pour phosphore total gamme haute	1
Réacteur DRB200	1

Eléments à préparer (suite)

Description	Quantité
Entonnoir, micro	1
Ecran protecteur de la lumière ou adaptateur (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Eléments à préparer à la page 1.)	1
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml, avec embouts de pipette	1
Portoir de tubes à essai	1
Eau désionisée	varie

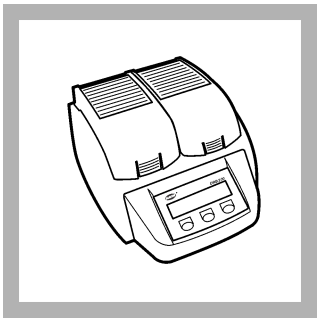
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

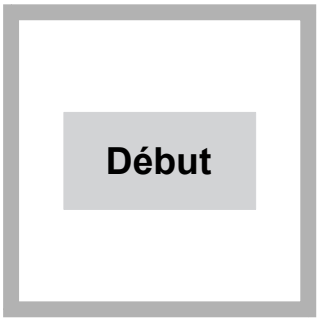
- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique au 1/2 et rincés à l'eau désionisée.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- N'utilisez pas de détergent à base de phosphate pour nettoyer les flacons d'échantillon. Le phosphate contenu dans le détergent va contaminer l'échantillon.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de l'de l'acide sulfurique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 7 avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium 5,0 N.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Méthode vanadomolybdique, minéralisation au persulfate acide

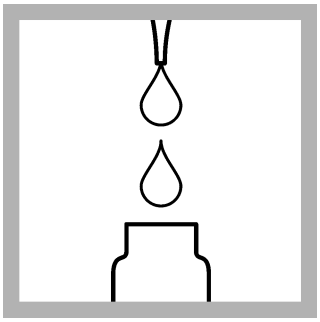


1. Mettez en marche le réacteur DRB200. Faites-le préchauffer à 150 °C. Reportez-vous au manuel DRB200.

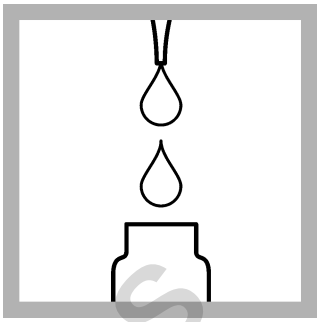


2. Lancez le programme **542 P Total HR TNT**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Eléments à préparer à la page 1.

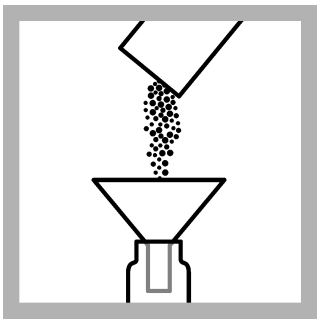
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



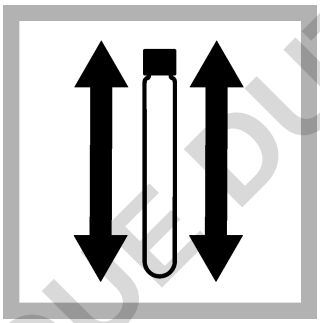
3. Préparation du blanc : ajoutez 5,0 ml d'eau désionisée dans un tube d'analyse du phosphore total.



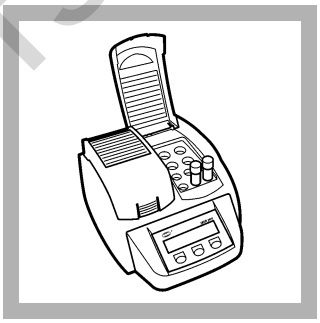
4. Préparation de l'échantillon : ajoutez 5,0 ml d'échantillon dans un tube d'analyse du phosphore total.



5. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de persulfate de potassium dans chaque tube.



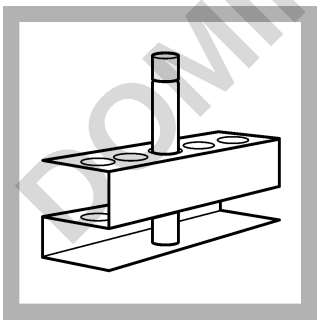
6. Bouchez le tube. Agitez-le pour dissoudre la poudre.



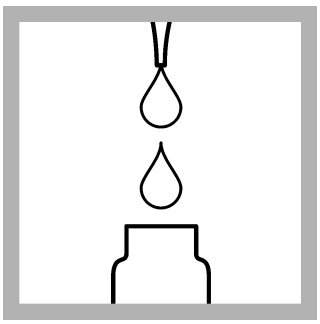
7. Insérez le tube dans le réacteur. Fermez le réacteur.



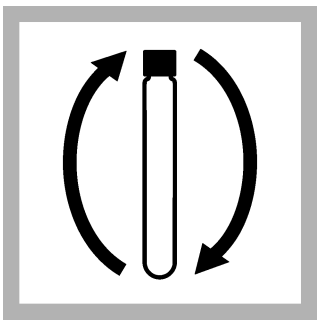
8. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 30 minutes commence.



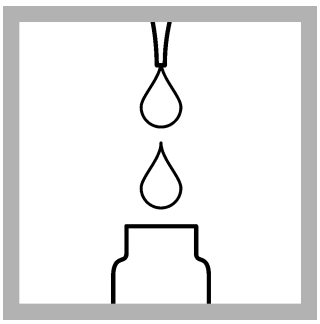
9. A la fin de la minuterie, retirez avec précaution les tubes chauds du réacteur. Placez les tubes dans un portoir. Laissez les tubes refroidir à température ambiante.



10. Ajoutez 2 ml de solution étalon d'hydroxyde de sodium 1,54 N dans chaque tube.

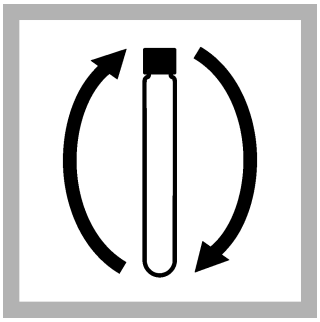


11. Bouchez le tube. Retournez pour assurer le mélange.



12. A l'aide d'un compte-gouttes en polyéthylène, ajouter 0,5 ml de réactif vanadomolybdique dans chaque tube.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

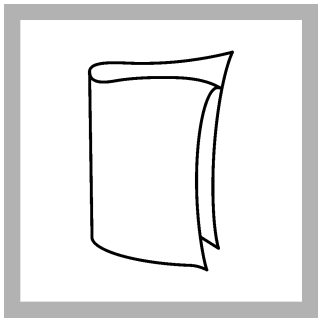


13. Bouchez le tube. Retournez pour assurer le mélange.

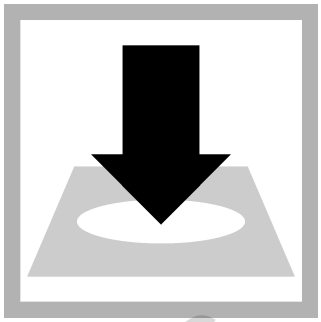


14. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 7 minutes commence.

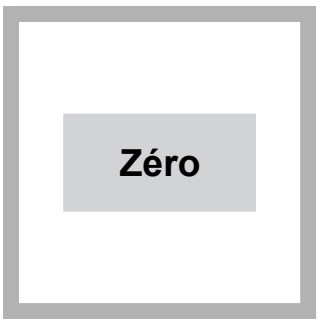
Mesurez l'échantillon entre sept et neuf minutes après l'ajout du réactif vanadomolybdique.



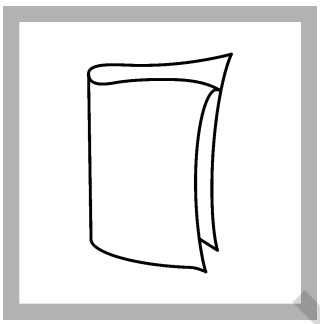
15. Nettoyez le tube de blanc.



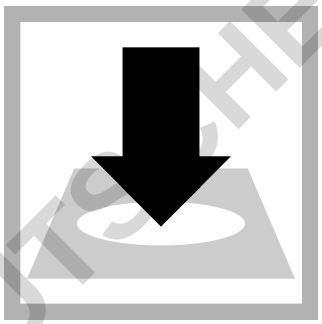
16. Insérez le tube dans le porte-cuve de 16 mm.



17. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,0 mg/l PO_4^{3-}.



18. Nettoyez le tube d'échantillon.



19. Insérez le tube dans le porte-cuve de 16 mm.



20. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l PO_4^{3-}.

Interférences

Le Tableau 2 indique les interférences et leurs niveaux. Le Tableau 3 indique les substances qui n'interfèrent pas aux niveaux indiqués, ou en dessous de ceux-ci.

Tableau 2 Substances interférentes

Substance interférente	Niveau d'interférence
Arséniate	Crée une interférence positive lorsque l'échantillon est chaud pendant l'ajout de réactif. Attendez que la température de l'échantillon revienne à la température ambiante après la minéralisation.
Fer ferreux	Génère une couleur bleue qui interfère à plus de 100 mg/l
Molybdate	Interférence négative à plus de 1 000 mg/l
Silice	Crée une interférence positive lorsque l'échantillon est chaud pendant l'ajout de réactif. Attendez que la température de l'échantillon revienne à la température ambiante après la minéralisation.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon.
Fluorure, thorium, bismuth, thiosulfate ou thiocyanate	Interférence négative

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Tableau 2 Substances interférentes (suite)

Substance interférente	Niveau d'interférence
Turbidité	Les échantillons troubles peuvent générer des résultats non reproductibles, car l'acide des réactifs risque de dissoudre certaines particules en suspension et en raison de la désorption variable de l'orthophosphate due aux particules.
Température	Les températures inférieures à 20 °C (68 °F) entraînent une interférence négative. Les températures au-dessus de 25 °C (77 °F) entraînent une interférence positive. Attendez que la température de l'échantillon revienne à la température ambiante après la minéralisation.

Tableau 3 Substances qui n'interfèrent pas en dessous de 1 000 mg/l

Pyrophosphate	Tétraborate	Séléniate	Benzoate
Citrate	Oxalate	Lactate	Tartrate
Formiate	Salicylate	Al^{3+}	Fe^{3+}
Mg^{2+}	Ca^{2+}	Ba^{2+}	Sr^{2+}
Li^{+}	Na^{+}	K^{+}	NH_4^{+}
Cd^{2+}	Mn^{2+}	NO_3^{-}	NO_2^{-}
SO_4^{2-}	SO_3^{2-}	Pb^{2+}	Hg^{+}
Hg^{2+}	Sn^{2+}	Cu^{2+}	Ni^{2+}
Ag^{+}	U^{4+}	Zr^{4+}	AsO_3^{-}
Br^{-}	CO_3^{2-}	ClO_4^{-}	CN^{-}
IO_3^{-}	SiO_4^{4-}	—	—

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon de phosphate de 10 ml, 500 mg/l en PO_4^{3-}
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 10 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les*

ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de phosphate à 50 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
542	50 mg/l PO_4^{3-}	49,4–50,6 mg/l PO_4^{3-}	0,7 mg/l PO_4^{3-}

Résumé de la méthode

Les phosphates présents sous des formes organiques et inorganiques condensées (méta-, pyro- et autres polyphosphates) doivent être convertis en orthophosphate réactif avant l'analyse. Le prétraitement de l'échantillon à l'acide et la chaleur procure les conditions pour l'hydrolyse des formes inorganiques condensées. Les phosphates organiques sont convertis en orthophosphates par chauffage avec de l'acide et du persulfate. L'orthophosphate réagit avec le molybdate dans un milieu acide pour produire un complexe mixte de phosphate/molybdate. Le vanadium forme de l'acide molybdovanadophosphorique avec une coloration jaune. L'intensité de la couleur jaune est proportionnelle à la concentration en phosphate. Les résultats des analyses sont mesurés à 420 nm.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du mobdylène et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif Test 'N Tube™ pour phosphore total gamme haute	—	50 tubes	2767245
Inclut :			
Réactif vanadomolybdique (non vendu séparément)	0,5 ml	25 ml	—
Sachet de poudre de persulfate de potassium	1 sachet	Lot de 50	2084766
Hydroxyde de sodium, 1,54 N	varie	100 ml	2743042
Tubes à essai pour le phosphore total (non vendus séparément)	1	Lot de 50	—
Eau désionisée	varie	100 ml	27242

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Réacteur DRB 200, 110 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.53.40001
Réacteur DRB 200, 220 V c.a., puits de 15 x 16 mm	1	1	LTV082.52.40001
Compte-gouttes en plastique, 0,5 et 1,0 ml	2	Lot de 20	2124720
Entonnoir, micro, poly	1	1	2584335
Ecran protecteur de la lumière, DR 3900	1	1	LZV849
Ecran protecteur de la lumière, DR 3800, DR 2800, DR 2700	1	1	LZV646
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	2	Lot de 250	2199725
Portoir de tubes à essai	1	1	1864100

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, ampoule de 10 ml, 500 mg/l en PO_4	Lot de 16	1424210
Solution étalon de phosphate, 50 mg/l en PO_4^{3-}	500 ml	17149
Mélange d'étalon pour affluent d'eaux résiduaires, pour NH_3-N, NO_3-N, PO_4, DCO, SO_4, COT	500 ml	2833149
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 5,0 N	1 l	245053
Acide sulfurique, concentré, ACS	500 ml	97949
Réactif vanadomolybdique	100 ml	2076032
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Papier pH, gamme de pH de 0 à 14	Lot de 100	2601300
Eau désionisée	4 l	27256
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700
Protections des doigts	Lot de 2	1464702
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Entonnoir, micro	1	2584335

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Etalons en option

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de phosphate, 30 mg/l en PO_4^{3-}	946 ml	1436716
Solution étalon de phosphate, 100 mg/l en PO_4	100 ml	1436832
Solution étalon de phosphate, ampoule Voluette® de 10 ml, 50 mg/l en PO_4	Lot de 16	17110
Solution étalon de phosphate, 500 mg/l en PO_4	100 ml	1424232

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Silice

DOC316.53.01132

Méthode au bleu hétéropoly[1] **Méthode 8186**

0,010 à 1,600 mg/l SiO_2 (spectrophotomètres) **Sachets de poudre**

0,01 à 1,60 mg/l SiO_2 (colorimètres)

Cadre d'application: Eaux de chaudière et ultrapures

[1] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Les temps de réaction indiqués dans la procédure d'analyse se rapportent à des échantillons qui sont à 20 °C (68 °F). Si la température de l'échantillon est de 10 °C (50 °F), attendez 8 minutes pour la première réaction (4 minutes) et 2 minutes pour la deuxième (1 minute). Si la température de l'échantillon est de 30 °C (86 °F), attendez 2 minutes pour la première réaction (4 minutes) et 30 secondes pour la deuxième (1 minute).
Pour analyser des concentrations très faibles, utilisez la méthode au liquide rapide gamme ultra-basse pour obtenir les meilleurs résultats.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

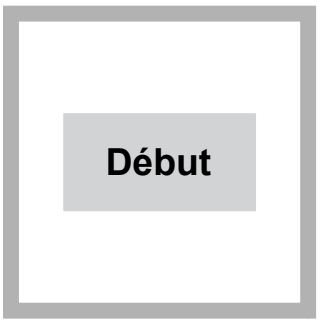
Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif F acide aminé, 10 ml	1
Sachets de poudre d'acide citrique, 10 ml	2
Solution de réactif 3 molybdate	1 ml
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

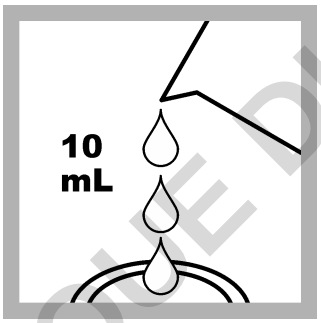
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique propres avec des bouchons à fermeture hermétique. N'utilisez pas de flacons en verre, car ils contamineraient l'échantillon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse rapide est impossible, conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Procédure avec sachet de poudre

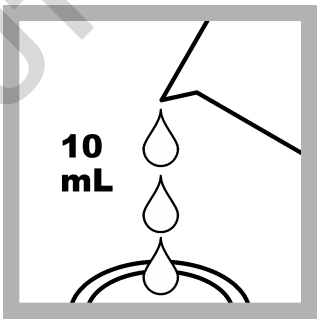


1. Lancez le programme **651 Silica LR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

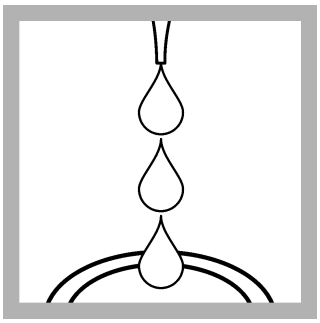
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : Remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

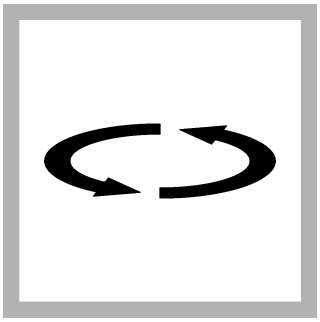


3. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



4. Ajoutez 14 gouttes de réactif pour le molybdène 3 dans chaque cuve.

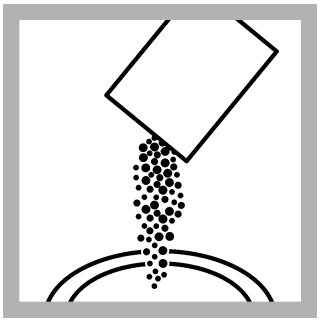
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



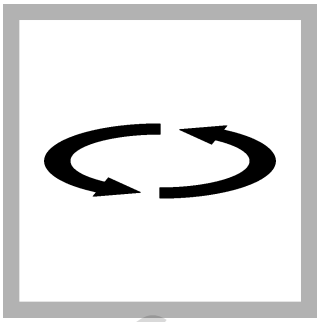
5. Faites tourner pour mélanger.



6. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 4 minutes commence.



7. A la fin de la minuterie, ajoutez le contenu de un sachet de poudre de réactif pour l'acide citrique dans chaque cuve d'échantillon.

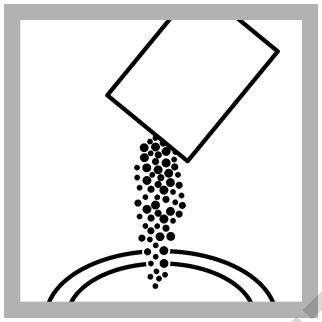


8. Faites tourner pour mélanger.



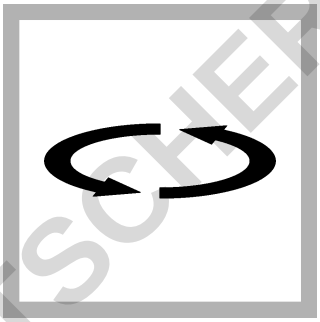
9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 1 minute commence.

La destruction d'interférences potentielles au phosphate se produit pendant cette période.



10. A la fin de la minuterie, ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif Amino-Acide F pour les acides aminés dans la cuve d'échantillon préparé.

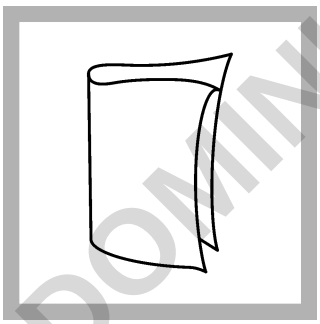
Blanc : l'échantillon sans réactif Amino-Acide F sert de blanc.



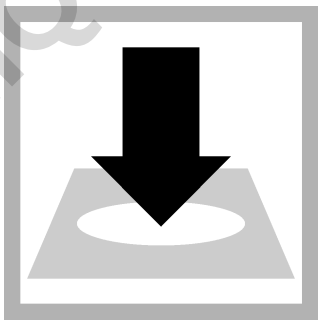
11. Faites tourner pour mélanger.



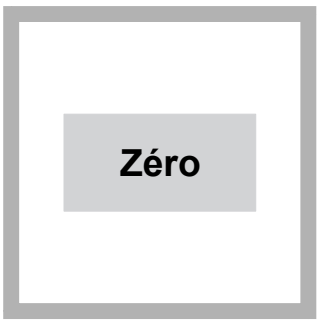
12. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.
Une couleur bleue se développe en présence de dioxyde de silicium.



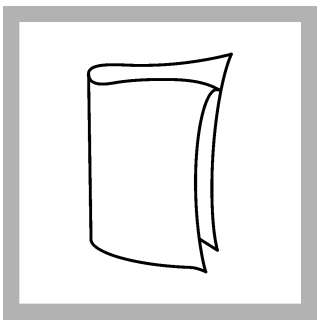
13. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



14. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

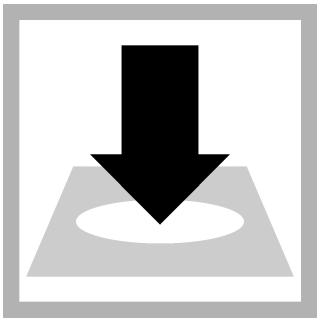


15. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 mg/l SiO_2. .



16. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



17. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



18. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l SiO_2.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Couleur	N'interfère pas lorsque l'échantillon d'origine est utilisé pour régler le zéro de l'appareil.
Fer	Les quantités importantes de fer ferreux ou ferrique interfèrent.
Eliminateurs organiques d'oxygène	Si l'échantillon contient des éliminateurs organiques d'oxygène tels que l'hydroquinone, ajoutez 0,05 ml (environ 1 goutte) de solution d'hypochlorite de sodium dans 50 ml d'échantillon, mélangez et attendez 5 minutes. Utilisez cet échantillon au cours de l'analyse. Si l'échantillon contient de fortes concentrations d'éliminateurs organiques d'oxygène, diluez l'échantillon d'un minimum de 20 % avec de l'eau désionisée avant d'ajouter la solution d'hypochlorite de sodium à une proportion de 0,05 ml par 50 ml d'échantillon dilué à analyser.
Phosphate	N'interfère pas à des niveaux inférieurs à 50 mg/l PO_4^{3-}. A 60 mg/l PO_4^{3-}, une interférence de –2 % se produit. A 75 mg/l PO_4^{3-}, l'interférence est de –11 %.
Formes de silice à réaction lente	Il arrive parfois qu'un échantillon contienne de la silice qui réagit très lentement avec le molybdate. La nature de ces formes « non réactives au molybdate » est inconnue. Un prétraitement au bicarbonate de sodium, puis à l'acide sulfurique les rend réactives au molybdate. Le prétraitement est détaillé dans l'ouvrage *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (méthodes de référence pour l'étude de l'eau et des eaux résiduaires) dans la section Silica-Digestion with Sodium Bicarbonate (Minéralisation de la silice avec le bicarbonate de sodium). Le prolongement du temps de réaction avec l'échantillon et les réactifs molybdate et acide (avant l'ajout d'acide citrique) peut servir de substitut au prétraitement au bicarbonate.
Sulfures	Interfèrent à tous les niveaux.
Turbidité	De faibles niveaux de turbidité n'interfèrent pas lorsque l'échantillon d'origine est utilisé pour régler le zéro de l'appareil.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de dioxyde de silicium, 25 mg/l SiO_2
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml
- Embouts de pipette

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de dioxyde de silicium, 1,00 mg/l SiO_2

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
651	1,000 mg/l SiO_2	0,990–1,010 mg/l SiO_2	0,012 mg/l SiO_2

Résumé de la méthode

Le dioxyde de silicium et le phosphate de l'échantillon réagissent avec l'ion molybdate dans un milieu acide afin de former des complexes d'acide silicomolybdique jaunes, ainsi que des complexes d'acide phosphomolybdique. L'apport d'acide citrique détruit les complexes de phosphate. Un acide aminé est ensuite ajouté afin de réduire l'acide silicomolybdique jaune et produire une couleur bleue intense dont l'intensité est proportionnelle à la concentration de dioxyde de silicium. La longueur d'onde de mesure est de 815 nm (DR 1900 : 800 nm) pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour silice, gamme basse, inclut :	—	100 analyses	2459300
Sachet de poudre de réactif F acide aminé, 10 ml	1	Lot de 100	2254069

Réactifs nécessaires (suite)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre d'acide citrique, 10 ml	2	Lot de 100	2106269
Solution de réactif 3 molybdate	1 ml	50 ml	199526

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de silice, 1 mg/l SiO_2	500 ml	110649
Solution étalon de silice, 25 mg/l en SiO_2	236 ml	2122531
Eau désionisée	4 l	27256

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Bicarbonate de sodium	454 g	77601
Solution d'acide sulfurique, 1,00 N	1 000 ml	127053
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Silice

DOC316.53.01133

Méthode Silicomolybdène **Méthode 8185**

1 à 100 mg/l SiO_2 (gamme haute, spectrophotomètres) **Sachets de poudre**

1 à 75 mg/l SiO_2 (gamme haute, colorimètres)

Cadre d'application: Pour l'eau et l'eau de mer.

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
La température de l'échantillon doit rester entre 15 et 25 °C (59 et 77 °F) pour des résultats précis.
Utilisez l'option d'ajustement d'étalon avec chaque nouveau lot de réactif pour obtenir les meilleurs résultats. Reportez-vous à la méthode par solution étalon à la section Vérification de l'exactitude à la page 4.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

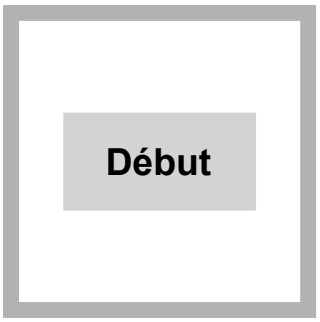
Description	Quantité
Kit de réactif pour dioxyde de silicium gamme haute	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

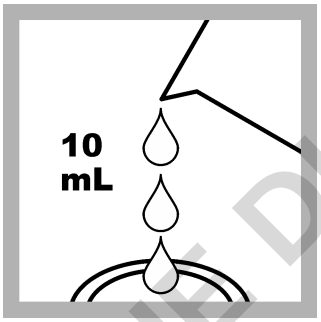
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique propres avec des bouchons à fermeture hermétique. N'utilisez pas de flacons en verre, car ils contamineraient l'échantillon.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Si une analyse rapide est impossible, conservez les échantillons à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Procédure avec sachet de poudre



1. Lancez le programme **656 Silica HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

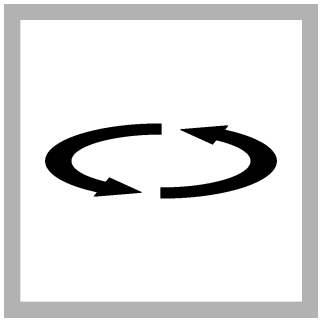
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.

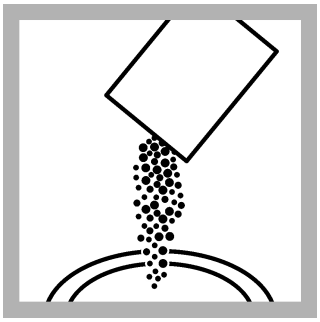


3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif molybdate pour le dioxyde de silicium en gamme haute dans la cuve d'échantillon.

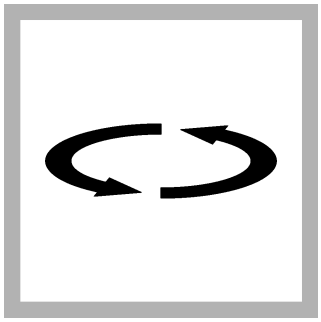


4. Faites tourner la solution jusqu'à ce que le réactif soit complètement dissous.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



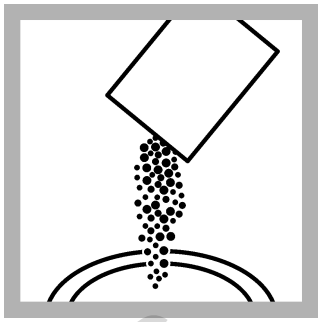
5. Ajoutez le contenu de un sachet de poudre de réactif acide pour dioxyde de silicium en gamme haute. Une couleur jaune se développe en présence de dioxyde de silicium ou de phosphore dans l'échantillon.



6. Faites tourner pour mélanger.



7. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 10 minutes commence.

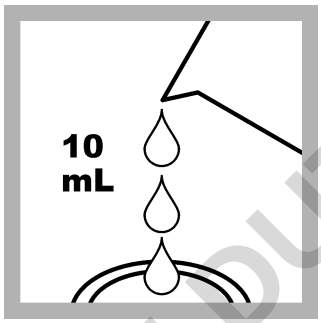


8. A la fin de la minuterie, ajoutez le contenu d'un sachet de poudre d'acide citrique dans la cuve d'échantillon et faites-la tourner pour mélanger l'ensemble.
Toute couleur jaune imputable au phosphore est supprimée au cours de cette étape.

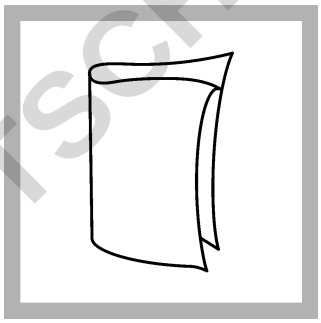


9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 2 minutes commence.

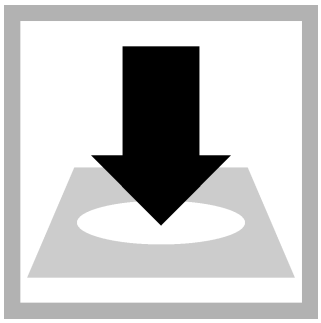
Complétez le reste de la procédure moins de 3 minutes après la fin du minuteur.



10. Préparation du blanc : remplissez une deuxième cuve d'échantillon avec 10 ml de l'échantillon d'origine.



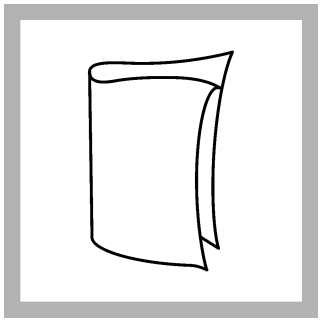
11. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



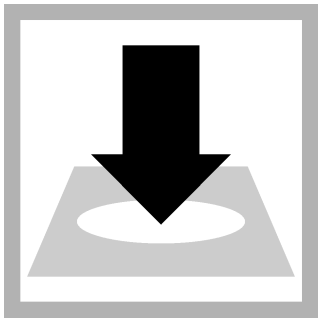
12. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l SiO_2.



14. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



15. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l SiO_2.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Couleur	N'interfère pas lorsque l'échantillon d'origine est utilisé pour régler le zéro de l'appareil.
Fer	Les quantités importantes de fer ferreux ou ferrique interfèrent.
Phosphate	N'interfère pas à des niveaux inférieurs à 50 mg/l PO_4^{3-}. A 60 mg/l PO_4^{3-}, une interférence de –2 % se produit. A 75 mg/l PO_4^{3-}, l'interférence est de –11 %.
Formes de silice à réaction lente	Il arrive parfois qu'un échantillon contienne de la silice qui réagit très lentement avec le molybdate. La nature de ces formes « non réactives au molybdate » est inconnue. Un prétraitement au bicarbonate de sodium, puis à l'acide sulfurique les rend réactives au molybdate. Le prétraitement est détaillé dans l'ouvrage *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (méthodes de référence pour l'étude de l'eau et des eaux résiduaires) dans la section Silica-Digestion with Sodium Bicarbonate (Minéralisation de la silice avec le bicarbonate de sodium). Le prolongement du temps de réaction avec l'échantillon et les réactifs molybdate et acide (avant l'ajout d'acide citrique) peut servir de substitut au prétraitement au bicarbonate.
Sulfures	Interfèrent à tous les niveaux.
Turbidité	De faibles niveaux de turbidité n'interfèrent pas lorsque l'échantillon d'origine est utilisé pour régler le zéro de l'appareil.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de dioxyde de silicium, 1 000 mg/l
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml
- Embouts de pipette

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 10 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de dioxyde de silicium, 50 mg/l

1. Analysez la concentration de la solution étalon comme décrit dans la procédure.
2. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
656	50 mg/l SiO_2	48–52 mg/l SiO_2	1,0 mg/l SiO_2

Résumé de la méthode

Le dioxyde de silicium et le phosphate de l'échantillon réagissent avec l'ion molybdate dans un milieu acide afin de former des complexes d'acide silicomolybdique jaunes, ainsi que des complexes d'acide phosphomolybdique. L'apport d'acide citrique détruit les complexes de phosphate. Le dioxyde de silicium est ensuite déterminé en mesurant le reste de la couleur jaune. La longueur d'onde de mesure est de 452 nm pour les spectrophotomètres ou de 420 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	4 l	27256
Kit de réactif pour silice gamme haute, 10 ml	—	100 analyses	2429600
Inclut :			
Sachet de poudre de réactif acide pour silice gamme haute, 10 ml	1	Lot de 100	2107469
Sachet de poudre d'acide citrique, 10 ml	2	Lot de 100	2106269
Sachet de poudre de réactif molybdate pour silice en gamme haute, 10 ml	1	Lot de 100	2107369

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de silice, 50 mg/l en SiO_2	200 ml	111729
Solution étalon de silice, 1 000 mg/l en SiO_2	500 ml	19449

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Bicarbonate de sodium	454 g	77601
Solution étalon d'acide sulfurique, 1 N	100 ml CGG	127032

Réactifs et accessoires en option (suite)

Description	Unité	Réf.
Flacon pour échantillons avec bouchon, polyéthylène faible densité, 250 ml	Lot de 12	2087076
Thermomètre, sans mercure, -10 à +225 °C	1	2635700

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Sulfate

DOC316.53.01135

USEPA[1] - Méthode SulfaVer 4[2]

Méthode 8051

2 à 70 mg/l SO_4^{2-}

Sachets de poudre ou ampoules AccuVac®

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Agréée par l'USEPA pour les rapports d'analyse des eaux résiduaires. Procédure équivalente à la méthode USEPA 375,4 pour les eaux résiduaires.

[2] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

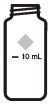
Le Tableau 1 donne les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac. Le Tableau 2 indique les paramètres de cuve d'échantillon et d'adaptateur requis pour les analyses avec ampoule AccuVac. Les tableaux indiquent également tous les appareils qui disposent du programme pour cette analyse.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres aux appareils pour l'ajout de réactif

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Tableau 2 Informations propres aux appareils pour les ampoules AccuVac

Appareil	Adaptateur	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 ou 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Avant de commencer

Pour les méthodes turbidimétriques, installez le capuchon ou capot de tous les appareils avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Utilisez l'option d'ajustement d'étalon avec chaque nouveau lot de réactif pour obtenir les meilleurs résultats. Reportez-vous à la méthode par solution étalon à la section Vérification de l'exactitude à la page 5.
Pour obtenir les meilleurs résultats possibles, étalonnez l'appareil avec chaque nouveau lot de réactif. Reportez-vous à la Etalonnage à la page 6.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Filtrez les échantillons troubles avec du papier-filtre et un entonnoir.
N'utilisez pas la cuve à circulation ou le module par aspiration (pour les appareils concernés) pour cette analyse.
Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du chlorure de baryum. Prenez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.
Vous pouvez utiliser une ampoule AccuVac pour blancs afin de régler le zéro de l'appareil dans le cadre de la procédure d'analyse AccuVac.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Sachets de poudre

Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif SulfaVer® 4, 10 ml	1
Cuves d'échantillon (reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1).	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Ampoules AccuVac

Description	Quantité
Ampoules AccuVac® de réactif SulfaVer® 4	1
Bécher, 50 ml	1
Cuves d'échantillon (reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1).	1
Bouchon	1

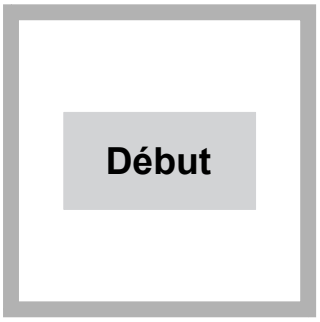
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

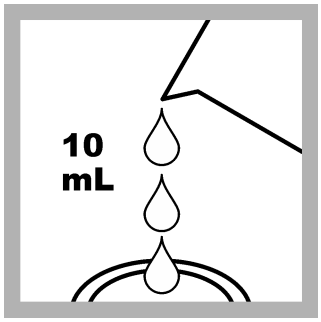
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

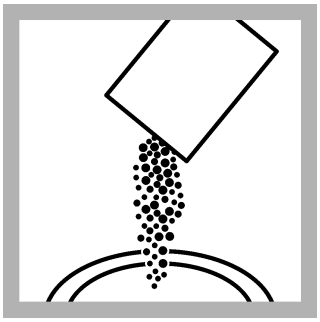


1. Lancez le programme **680 Sulfate**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

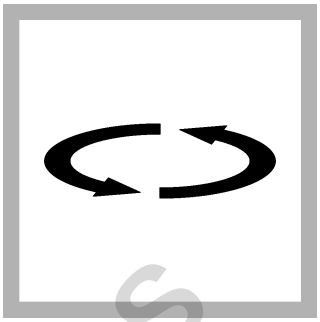
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de SulfaVer 4 dans la cuve d'échantillon.

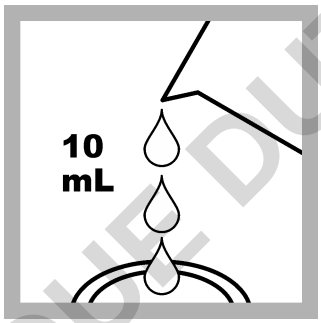


4. Faites tourner la cuve d'échantillon pour en mélanger le contenu. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.
Une turbidité blanche se forme en présence de sulfate.

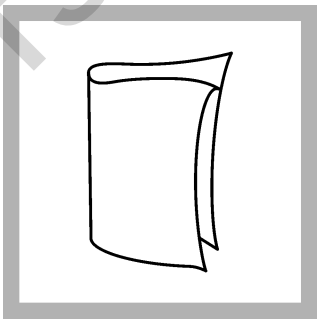


5. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de cinq minutes commence.

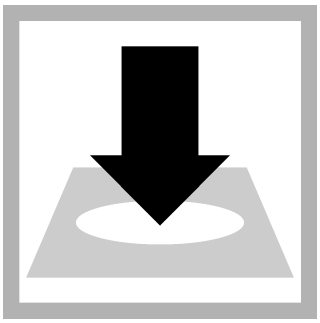
Ne touchez pas la cuve pendant cette période.



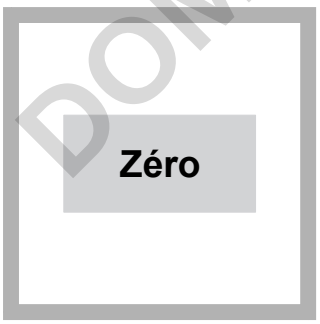
6. Préparation du blanc : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



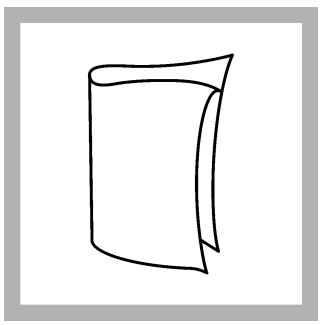
7. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



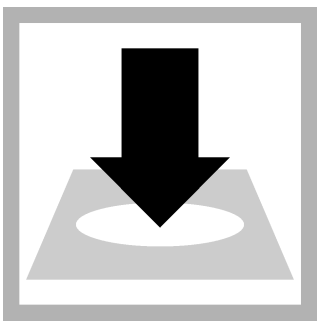
8. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



9. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l SO_4^{2-}.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.

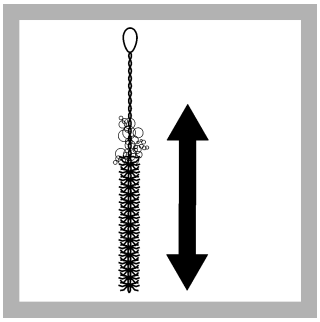


11. Sous 5 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



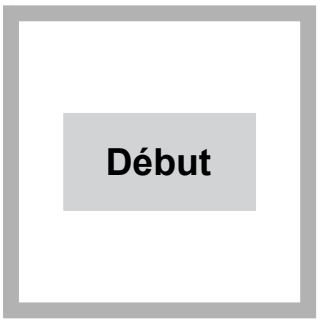
12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l SO_4^{2-}.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



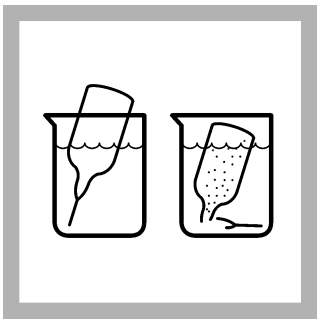
13. Nettoyez les cuves d'échantillon en les brossant à l'eau savonneuse.

Procédure avec ampoules AccuVac® SulfaVer 4

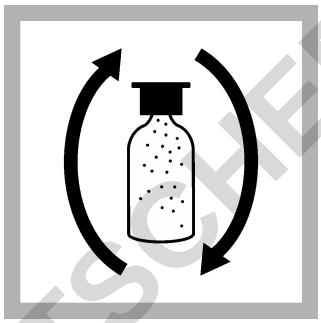


1. Lancez le programme **685 Sulfate AV**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation de l'échantillon : recueillez au moins 40 ml d'échantillon dans un bécher de 50 ml. Remplissez l'ampoule AccuVac avec de l'échantillon. Maintenez la pointe immergée jusqu'à ce que l'ampoule AccuVac soit pleine.

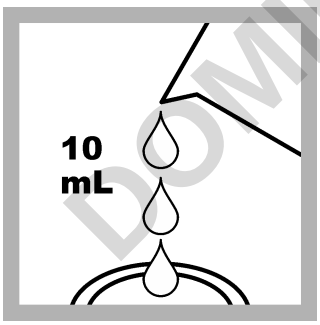


3. Fermez l'ampoule et retournez-la plusieurs fois rapidement pour en mélanger le contenu. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.
Une turbidité blanche se forme en présence de sulfate.

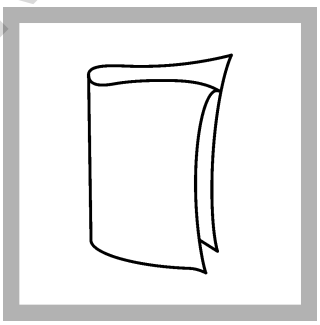


4. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de cinq minutes commence.

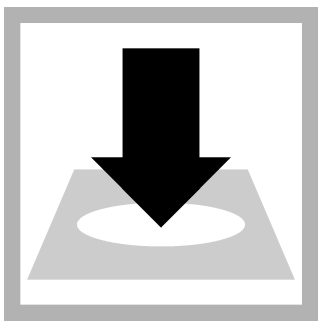
Ne touchez pas la cuve pendant cette période.



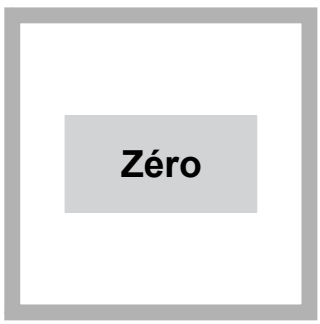
5. Préparation du blanc : remplissez la cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon.



6. A la fin de la minuterie, nettoyez l'ampoule AccuVac de blanc.

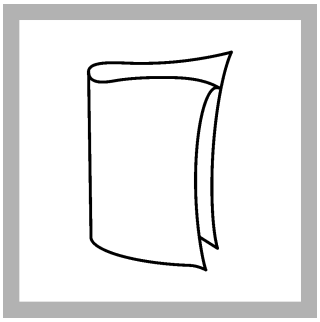


7. Insérez l'ampoule AccuVac de blanc dans le porte-cuve.

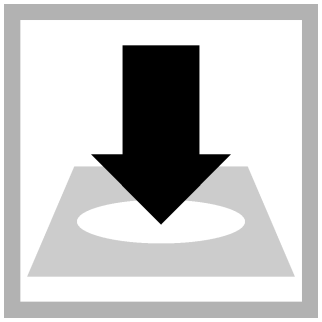


8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l SO_4^{2-}.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Nettoyez l'ampoule AccuVac.



10. Sous 5 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'ampoule AccuVac d'échantillon préparé dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l SO_4^{2-}.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Baryum	Interfère à tous les niveaux. Plus la concentration relative de baryum est élevée par rapport à celle des sulfates, plus l'erreur est importante. Les échantillons avec de fortes concentrations de baryum donnent généralement un résultat qui est inférieur de 20 % à celui de la concentration réelle de sulfates.
Calcium	Au-dessus de 20 000 mg/l en $CaCO_3$
Chlorure	Au-dessus de 40 000 mg/l en Cl^-
Magnésium	Au-dessus de 10 000 mg/l en $CaCO_3$
Silice	Au-dessus de 500 mg/l en SiO_2

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon de sulfate, sulfate à 2 500 mg/l
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange (3), 25

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.

   Remarque : *pour les ampoules AccuVac®, ajoutez 0,2, 0,4 et 0,6 ml de la solution étalon à trois nouveaux échantillons de 50 ml.*

6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de sulfate, 1 000 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 7 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de sulfate à 70 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 7,0 ml de sulfate à 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Etalonnage

Il est recommandé de procéder à un étalonnage pour la méthode SulfaVer 4 afin d'obtenir des résultats optimaux. Procédez de la façon suivante pour entrer une nouvelle courbe d'étalonnage dans l'appareil. Créez une nouvelle courbe d'étalonnage pour chaque nouveau lot de réactifs.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de sulfate, 1 000 mg/l
- Flacons jaugés de 100 ml (7), classe A
- Pipette TenSette de 1 à 10 ml et embouts
- Eau désionisée

1. Préparez sept solutions d'étalonnage (10, 20, 30, 40, 50, 60 et 70 mg/l SO_4^{2-}) de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter 1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7 ml de solution étalon de sulfate à 1 000 mg/l dans sept flacons jaugés distincts de 100 ml.
   b. Diluez chaque flacon jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien.
2. Analysez la concentration de chaque solution étalon comme décrit dans la procédure.
3. Reportez-vous au manuel de l'utilisateur de l'appareil pour entrer l'étalonnage en tant que programme utilisateur.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
680	40 mg/l SO_4^{2-}	30–50 mg/l SO_4^{2-}	0,4 mg/l SO_4^{2-}
685	40 mg/l SO_4^{2-}	32–48 mg/l SO_4^{2-}	0,7 mg/l SO_4^{2-}

Résumé de la méthode

Les ions sulfates de l'échantillon réagissent avec le baryum du réactif SulfaVer 4 et forment un précipité de sulfate de baryum. L'intensité de la turbidité est proportionnelle à la concentration de sulfate. La longueur d'onde de mesure est de 450 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du baryum et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif SulfaVer® 4[1], 10 ml	1	Lot de 100	2106769
OU			
Réactif pour sulfate SulfaVer® 4, ampoule AccuVac®	1	Lot de 25	2509025

[1] SulfaVer est une marque déposée de Hach Company.

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Outil d'ouverture d'ampoule AccuVac	1	1	2405200
Bécher, 50 ml	1	1	50041H
Cuve d'échantillon, ronde, 10 ml, 25 x 54 mm	1	1	2122800
Cuve d'échantillon, ronde, 10 ml, 25 x 60 mm	1	Lot de 6	2427606
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de sulfate, 1 000 mg/l en SO_4	500 ml	2175749
Solution étalon de sulfate, 2 500 mg/l, ampoules de 10 ml en SO_4	Lot de 16	1425210
Mélange d'étalon d'eau potable, produits inorganiques contenant F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 ml	2833049

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Ampoules AccuVac pour blancs	Lot de 25	2677825
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Sulfate

DOC316.53.01316

Méthode SulfaVer 4[1] **Méthode 10248**

2 à 70, 20 à 700, 200 à 7 000 mg/l SO_4^{2-} **Sachets de poudre**

Cadre d'application: Pour les eaux des champs pétrolifères et de gaz.

[1] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Pour les méthodes turbidimétriques, installez le capuchon ou capot de tous les appareils avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Utilisez l'option d'ajustement d'étalon avec chaque nouveau lot de réactif pour obtenir les meilleurs résultats. Reportez-vous à la méthode par solution étalon à la section Vérification de l'exactitude à la page 4.
Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
Filtrez les échantillons troubles avec du papier-filtre et un entonnoir.
N'utilisez pas la cuve à circulation ou le module par aspiration (pour les appareils concernés) pour cette analyse.
Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du chlorure de baryum. Prenez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.

Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

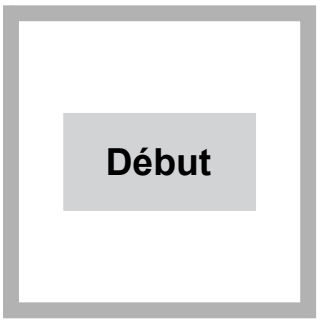
Description	Quantité
Sachets de poudre de réactif SulfaVer® 4, 10 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

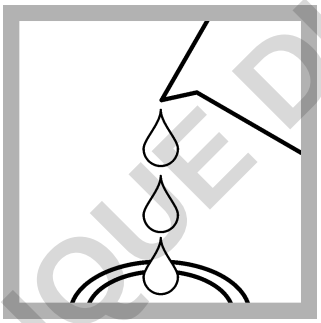
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 28 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Procédure avec sachet de poudre



1. Lancez le programme **680 Sulfate**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

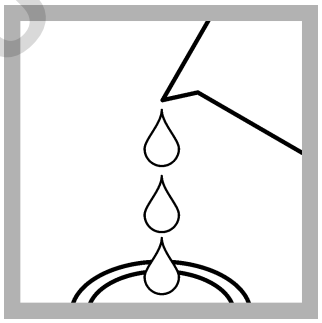
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



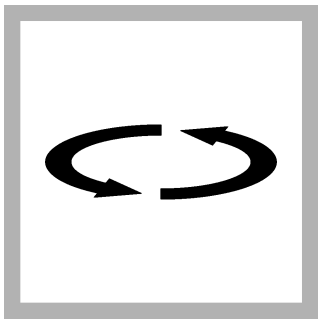
2. Ajoutez le volume d'échantillon qui est spécifié pour la gamme de test dans une cuve d'échantillon :

- 2 à 70 mg/l : 10 ml
- 20 à 700 mg/l : 1,0 ml
- 200 à 7 000 mg/l : 0,1 ml

Utilisez une pipette TenSette ou une pipette en verre pour mesurer 0,1 ml ou 1,0 ml.

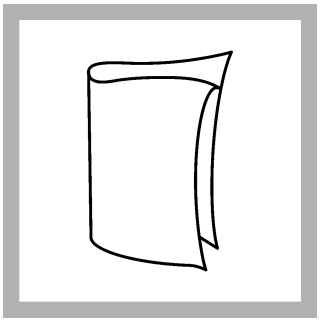


3. Si le volume de l'échantillon est inférieur à 10 ml, ajoutez de l'eau désionisée jusqu'à la ligne de 10 ml.
Pour le facteur de dilution, reportez-vous à Définition du facteur de dilution à la page 4.

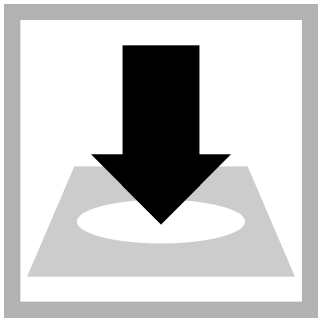


4. Faites tourner pour mélanger.

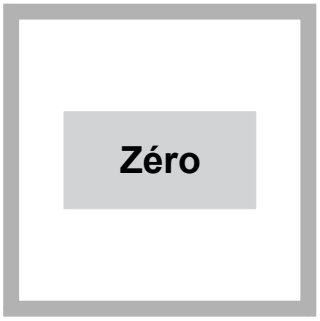
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



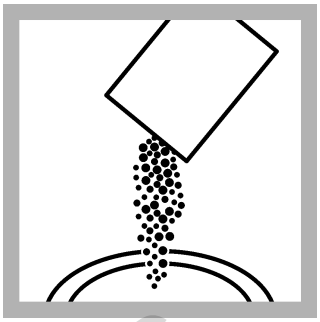
5. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



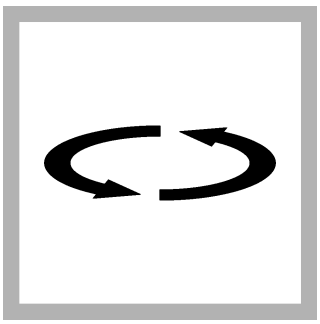
6. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



7. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l SO_4^{2-}.



8. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif SulfaVer 4 dans la cuve d'échantillon. L'échantillon devient trouble s'il contient du sulfate.

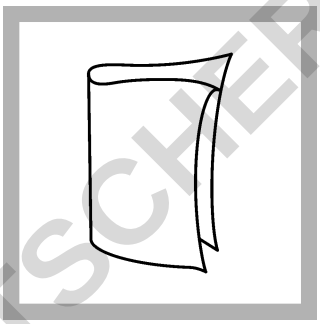


9. Faites tourner la cuve d'échantillon pour en mélanger le contenu. La poudre non dissoute n'a aucun impact sur l'exactitude.



10. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.

Ne déplacez pas la cuve d'échantillon pendant la période de réaction.



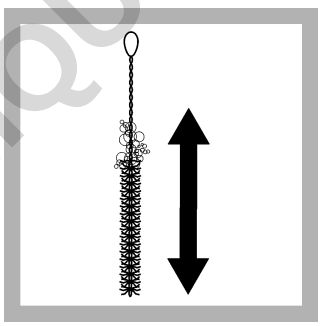
11. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



12. Sous 5 minutes après l'expiration de la minuterie, insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



13. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l SO_4^{2-}.



14. Nettoyez immédiatement la cuve d'échantillon après chaque analyse en la brossant à l'eau savonneuse.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Baryum	Interfère à tous les niveaux. Plus la concentration relative de baryum est élevée par rapport à celle des sulfates, plus l'erreur est importante. Les échantillons avec de fortes concentrations de baryum donnent généralement un résultat qui est inférieur de 20 % à celui de la concentration réelle de sulfates.
Calcium	Au-dessus de 20 000 mg/l en $CaCO_3$
Chlorure	Au-dessus de 40 000 mg/l en Cl^-
Magnésium	Au-dessus de 10 000 mg/l en $CaCO_3$
Silice	Au-dessus de 500 mg/l en SiO_2

Définition du facteur de dilution

Les appareils dotés d'une option avec facteur de dilution peuvent inclure ce dernier dans le résultat et afficher la concentration de l'échantillon original sans dilution. Par exemple, si l'échantillon est dilué à un facteur de 10, l'appareil multiplie le résultat par 10 et présente le résultat calculé sur l'affichage de l'appareil.

1. Sélectionnez le facteur de dilution dans le menu de l'appareil, **Options>More>Dilution** (Options>Autres>Dilution).

   Remarque : *DR 1900 : sélectionnez* ***Options>Advanced Options>Dilution Factors>On*** *(Options>Options avancées>Facteurs de dilution>Activer).*

   Remarque : *les colorimètres incluent un facteur de dilution lorsque la forme chimique est définie. Sélectionnez* ***Options>Advanced Options>Chemical Form*** *(Options>Options avancées>Forme chimique) et sélectionnez LR, MR ou HR (gamme basse, moyenne ou haute).*
2. Entrez le facteur de dilution :
   - Echantillon de 1 ml dilué à 10 ml : facteur de dilution de 10.
   - Echantillon de 0,1 ml dilué à 10 ml : facteur de dilution de 100.
3. Appuyez sur **OK** pour confirmer. Appuyez à nouveau sur **OK**.
4. Appuyez sur **RETURN** (Retour) pour revenir à l'écran de mesure.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule de solution étalon de sulfate, sulfate à 2 500 mg/l
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.

6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de sulfate, 1 000 mg/l
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de sulfate à 50 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 5,0 ml de sulfate à 1 000 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
680	40 mg/l SO_4^{2-}	30–50 mg/l SO_4^{2-}	0,4 mg/l SO_4^{2-}

Résumé de la méthode

Les ions sulfates de l'échantillon réagissent avec le baryum contenu dans le réactif SulfaVer 4 et forment un précipité de sulfate de baryum. L'intensité de la turbidité est proportionnelle à la concentration de sulfate. La longueur d'onde de mesure est de 450 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du baryum et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Sachet de poudre de réactif SulfaVer® 4[1], 10 ml	1	Lot de 100	2106769

[1] SulfaVer est une marque déposée de Hach Company.

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de sulfate, 1 000 mg/l en SO_4	500 ml	2175749
Solution étalon de sulfate, 2 500 mg/l, ampoules de 10 ml en SO_4	Lot de 16	1425210

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Eprouvette de mélange graduée, 50 ml	1	189641
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Pipette, jaugée, 5,00 ml	1	1451537
Pro-pipette	1	1465000
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Sulfure

DOC316.53.01136

USEPA[1] Méthode au bleu de méthylène[2] — Méthode 8131

5 à 800 µg/l S^{2-} (spectrophotomètres) — Solution de réactif

0,01 à 0,70 mg/l S^{2-} (colorimètres)

Cadre d'application: Pour le test du sulfure total, H_2S, HS^-, et certains sulfures métalliques dans les eaux souterraines, les eaux résiduaires, les saumures et l'eau de mer.

[1] Agréée par l'USEPA pour les rapports d'analyse sur les eaux résiduaires. Cette procédure est équivalente à la méthode standard 4500-S2– D.

[2] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Une perte de sulfure peut se produire lorsque la dilution est nécessaire.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

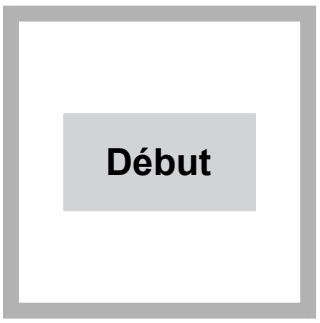
Description	Quantité
Réactif 1 pour sulfure	1 à 2 ml
Réactif 2 pour sulfure	1 à 2 ml
Eau désionisée	10 à 25 ml
Pipette, sérologique, 10 ml	1
Pro-pipette	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2
Bouchons	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

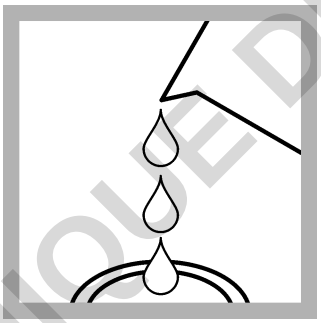
- Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres avec des bouchons à fermeture hermétique. Remplissez entièrement le flacon et fermez immédiatement le bouchon de façon hermétique.
- Evitez d'agiter le flacon ou de l'exposer à l'air.

Procédure avec solution de réactif

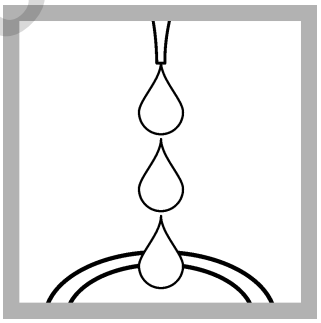


1. Lancez le programme **690 Sulfide**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

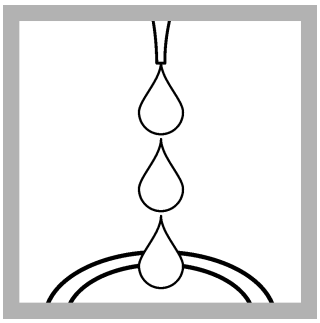
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon d'eau désionisée. Utilisez 10 ml pour les spectrophotomètres et 25 ml pour les colorimètres.

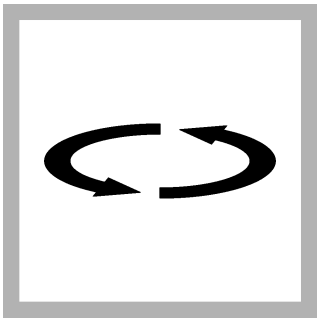


3. Préparation de l'échantillon : utilisez une pipette pour ajouter de l'échantillon dans une deuxième cuve d'échantillon. Utilisez 10 ml pour les spectrophotomètres et 25 ml pour les colorimètres.
Ne mélangez pas l'échantillon plus que nécessaire pour éviter la perte de sulfure.

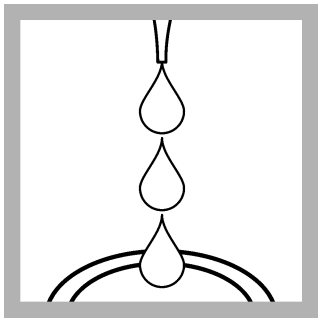


4. Utilisez un compte-gouttes pour ajouter 0,5 ml de réactif 1 pour sulfure dans chaque cuve.

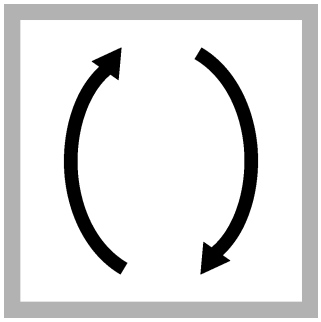
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



5. Faites tourner pour mélanger.



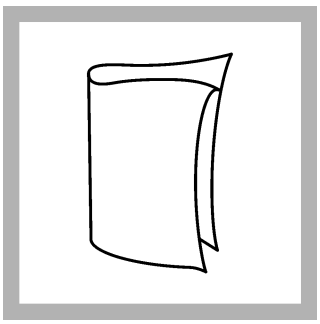
6. Utilisez un compte-gouttes pour ajouter du réactif 2 pour sulfure dans chaque cuve. Utilisez 0,5 ml pour les spectrophotomètres et 1,0 ml pour les colorimètres.



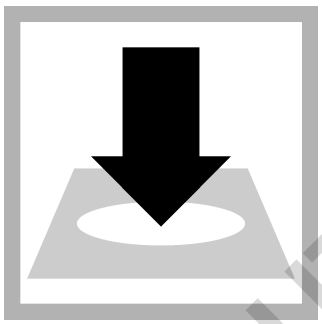
7. Fermez la cuve d'échantillon. Retournez la cuve d'échantillon pour mélanger son contenu. Une couleur rose se développe à l'origine. La solution vire au bleu en présence de sulfure.



8. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de cinq minutes commence.



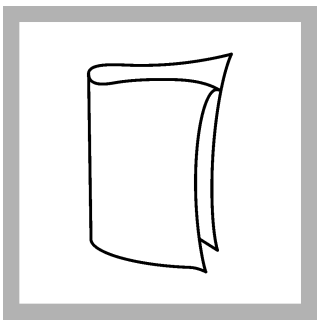
9. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



10. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



11. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 µg/l ou 0,00 mg/l S^{2-}.



12. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



13. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



14. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en µg/l ou mg/l S^{2-}.

Sulfures solubles

Afin de mesurer les sulfures solubles, utilisez une centrifugeuse pour séparer les solides. Pour estimer la quantité de sulfure insoluble dans l'échantillon, soustrayez la concentration de sulfure soluble de la concentration totale (avec solides) de sulfure.

1. Remplissez entièrement un tube de centrifugeuse avec de l'échantillon et bouchez-le immédiatement.
2. Placez le tube dans une centrifugeuse et mettez-la en marche pour séparer les solides.
3. Utilisez le surnageant en tant qu'échantillon dans le cadre de la procédure d'analyse.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Baryum	Les concentrations de baryum supérieures à 20 mg/l réagissent avec l'acide sulfurique du réactif 1 pour sulfure et forment un précipité $BaSO_4$ (baryte). Pour remédier à cette interférence : **1.** Diluez l'échantillon au cours de la procédure d'analyse de la façon suivante : • Spectrophotomètres : utilisez un échantillon de 0,1 ou 1,0 ml et ajoutez de l'eau désionisée jusqu'au repère de 10 ml. • Colorimètres : utilisez un échantillon de 0,25 ou 2,5 ml et ajoutez de l'eau désionisée jusqu'au repère de 25 ml. **2.** Ajoutez les réactifs 1 et 2 pour sulfure conformément aux instructions de la procédure. **3.** Après la période de réaction de 5 minutes, versez l'échantillon dans un bécher de 50 ml. **4.** Soutirez l'échantillon avec une seringue Luer-Lock (10 cc pour les spectrophotomètres ou 60 cc pour les colorimètres). **5.** Placez un disque de filtre de 0,45 µm sur le bout de la seringue Luer-Lock et filtrez l'échantillon dans une cuve d'échantillon propre pour la mesure. Utilisez de l'eau désionisée pour préparer le blanc. **6.** Réglez le zéro de l'appareil et lisez le résultat, conformément à la procédure. **7.** Multipliez par le facteur de dilution correspondant à la dilution retenue (10 ou 100).
Réducteurs puissants, tels que le sulfite, le thiosulfate et l'hydrosulfite	Inhibent le développement complet de la couleur ou réduisent la couleur bleue.
Sulfure, niveaux élevés	Les fortes concentrations de sulfure peuvent inhiber le développement complet de la couleur. Utilisez un échantillon dilué au cours de la procédure d'analyse. Des pertes de sulfure peuvent se produire lorsque l'échantillon est dilué.
Turbidité	Prétraitez l'échantillon pour retirer le sulfure, puis utilisez l'échantillon prétraité comme blanc dans le cadre de la procédure d'analyse. Préparez un blanc exempt de sulfure de la façon suivante : **1.** Mesurez 25 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 50 ml. **2.** Ajoutez 30 g/l d'eau de brome au compte-gouttes et en faisant tourner en permanence jusqu'à ce qu'une couleur jaune rémanente se forme. **3.** Ajoutez 30 g/l de solution de phénol au compte-gouttes et en la faisant tourner en permanence jusqu'à ce que la couleur jaune soit éliminée. **4.** Utilisez cette solution pour remplacer le blanc d'eau désionisée dans le cadre de la procédure d'analyse.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
690	520 µg/l S^{2-}	504–536 µg/l S^{2-}	5 µg/l S^{2-}

Résumé de la méthode

Le sulfure d'hydrogène et les sulfures métalliques solubles dans l'acide réagissent avec le sulfate N,N-diméthyl-p-phénylènediamine pour former du bleu de méthylène. L'intensité de la couleur bleue est proportionnelle à la concentration en sulfure. Les niveaux élevés de sulfure dans les eaux de champs pétrolifères peuvent être déterminés après une dilution adéquate. La longueur d'onde de mesure est de 665 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du chrome hexavalent et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	4 l	27256
Kit de réactif pour sulfure	—	—	2244500
Inclut :			
Réactif 1 pour sulfure	1–2 ml	100 ml CGG	181632
Réactif 2 pour sulfure	1–2 ml	100 ml CGG	181732

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pipette sérologique graduée, 10 ml	1	1	53238
Pro-pipette	1	1	1465100
Bouchons pour tubes de 18 mm et ampoules AccuVac	2	Lot de 6	173106

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Bouchon pour tube de 18 mm	Lot de 25	173125
Erlenmeyer, 50 ml	1	50541

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Sulfure, gamme haute

DOC316.53.01319

Méthode au bleu de méthylène[1] **Méthode 10254**

0,01 à 0,70, 0,1 à 7,0, 1 à 70 mg/l S^{2-} **Solution de réactif**

Cadre d'application: Pour les eaux des champs pétrolifères et de gaz.

[1] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Une perte de sulfure peut se produire lorsque la dilution est nécessaire.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

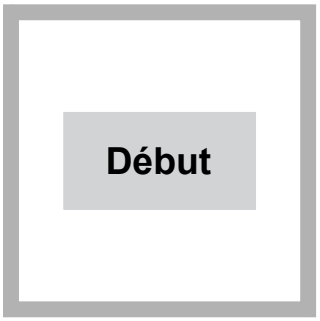
Description	Quantité
Réactif 1 pour sulfure	1 à 2 ml
Réactif 2 pour sulfure	1 à 2 ml
Pipette ou pipeteur mécanique (taille proportionnelle à l'échantillon et au réactif)	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2
Bouchons	2
Eau désionisée	10 ml

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

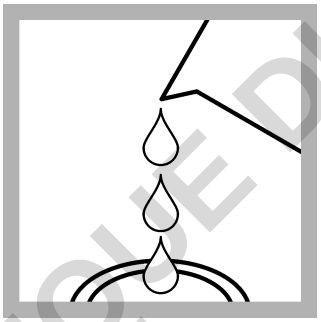
- Les échantillons doivent être analysés immédiatement après leur prise et ne peuvent pas être conservés pour analyse ultérieure.
- Recueillez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres avec des bouchons à fermeture hermétique. Remplissez entièrement le flacon et fermez immédiatement le bouchon de façon hermétique.
- Evitez d'agiter le flacon ou de l'exposer à l'air.

Méthode au bleu de méthylène

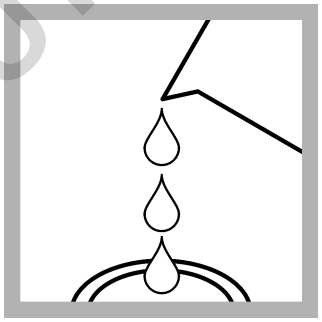


1. Lancez le programme **691 Sulfide HR**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

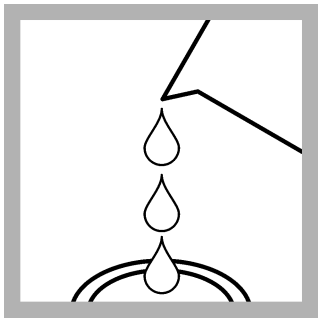
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon d'eau désionisée. Utilisez 10 ml pour les spectrophotomètres et 25 ml pour les colorimètres.

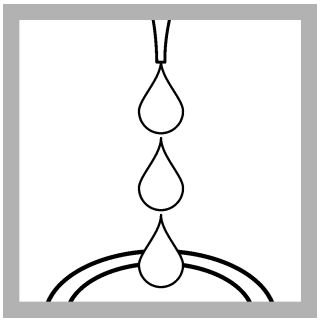


3. Préparation de l'échantillon : ajoutez le volume d'échantillon qui est spécifié pour la gamme de test dans une cuve d'échantillon propre. Reportez-vous au Tableau 2 à la page 3.
Utilisez une pipette pour mesurer de petits volumes.

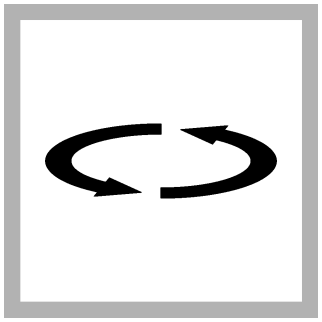


4. Spectrophotomètres : ajoutez de l'eau désionisée jusqu'au repère de 10 ml. **Colorimètres :** ajoutez de l'eau désionisée jusqu'au repère de 25 ml.
Afin d'éviter la perte de sulfure, ne mélangez pas l'échantillon plus que nécessaire.

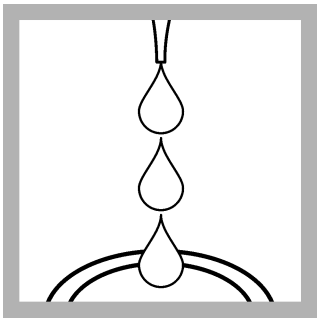
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



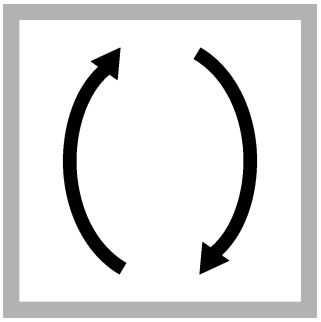
5. Ajoutez du réactif Sulfure 1 dans chaque cuve d'échantillon. Utilisez 0,5 ml de réactif pour les spectrophotomètres. Utilisez 1,0 ml de réactif pour les colorimètres.



6. Faites tourner pour mélanger.



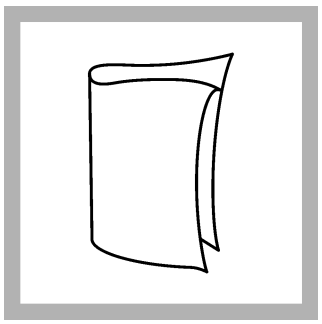
7. Ajoutez du réactif Sulfure 2 dans chaque cuve d'échantillon. Utilisez 0,5 ml de réactif pour les spectrophotomètres. Utilisez 1,0 ml de réactif pour les colorimètres.



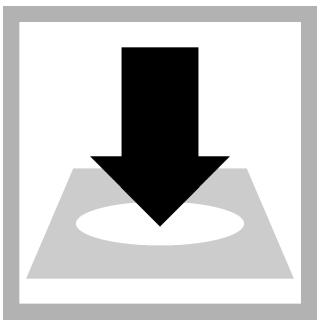
8. Bouchez les deux cuves d'échantillon avec un bouchon. Retournez pour bien mélanger. La solution vire au rose, puis au bleu si l'échantillon contient du sulfure.



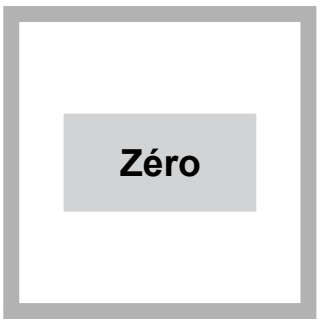
9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 5 minutes commence.



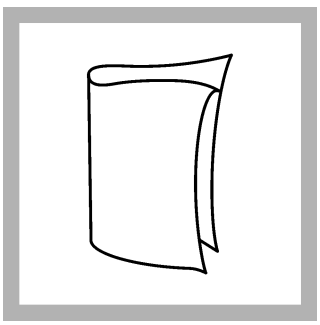
10. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



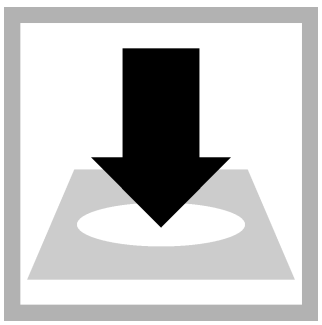
11. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l S^{2-}.



13. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



14. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



15. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l de S^{2-}.

Sélection d'un volume d'échantillon

Tableau 2 Volumes et gammes d'échantillon

Gamme	Volume du spectrophotomètre	Volume du colorimètre
0,01 à 0,70 mg/l (gamme basse)	10 ml	25 ml
0,1 à 7,0 mg/l (gamme moyenne)	1,0 ml	2,5 ml
1 à 70 mg/l (gamme haute)	0,1 ml	0,25 ml

Définition du facteur de dilution

Les appareils dotés d'une option avec facteur de dilution peuvent inclure ce dernier dans le résultat et afficher la concentration de l'échantillon original sans dilution. Par exemple, si l'échantillon est dilué à un facteur de 10, l'appareil multiplie le résultat par 10 et présente le résultat calculé sur l'affichage de l'appareil.

1. Sélectionnez le facteur de dilution dans le menu de l'appareil, **Options>More>Dilution** (Options>Autres>Dilution).

   Remarque : *DR 1900 : sélectionnez* ***Options>Advanced Options>Dilution Factors>On*** *(Options>Options avancées>Facteurs de dilution>Activer).*

   Remarque : *les colorimètres incluent un facteur de dilution lorsque la forme chimique est définie. Sélectionnez* ***Options>Advanced Options>Chemical Form*** *(Options>Options avancées>Forme chimique) et sélectionnez LR, MR ou HR (gamme basse, moyenne ou haute).*
2. Entrez le facteur de dilution :
   - Echantillon de 1 ml dilué à 10 ml : facteur de dilution de 10.
   - Echantillon de 0,1 ml dilué à 10 ml : facteur de dilution de 100.
3. Appuyez sur **OK** pour confirmer. Appuyez à nouveau sur **OK**.
4. Appuyez sur **RETURN** (Retour) pour revenir à l'écran de mesure.

Sulfures solubles

Afin de mesurer les sulfures solubles, utilisez une centrifugeuse pour séparer les solides. Pour estimer la quantité de sulfure insoluble dans l'échantillon, soustrayez la concentration de sulfure soluble de la concentration totale (avec solides) de sulfure.

1. Remplissez entièrement un tube de centrifugeuse avec de l'échantillon et bouchez-le immédiatement.
2. Placez le tube dans une centrifugeuse et mettez-la en marche pour séparer les solides.
3. Utilisez le surnageant en tant qu'échantillon dans le cadre de la procédure d'analyse.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Baryum	Les concentrations de baryum supérieures à 20 mg/l réagissent avec l'acide sulfurique du réactif 1 pour sulfure et forment un précipité $BaSO_4$ (baryte). Pour remédier à cette interférence : **1.** Diluez l'échantillon au cours de la procédure d'analyse de la façon suivante : • Spectrophotomètres : utilisez un échantillon de 0,1 ou 1,0 ml et ajoutez de l'eau désionisée jusqu'au repère de 10 ml. • Colorimètres : utilisez un échantillon de 0,25 ou 2,5 ml et ajoutez de l'eau désionisée jusqu'au repère de 25 ml. **2.** Ajoutez les réactifs 1 et 2 pour sulfure conformément aux instructions de la procédure. **3.** Après la période de réaction de 5 minutes, versez l'échantillon dans un bécher de 50 ml. **4.** Soutirez l'échantillon avec une seringue Luer-Lock (10 cc pour les spectrophotomètres ou 60 cc pour les colorimètres). **5.** Placez un disque de filtre de 0,45 µm sur le bout de la seringue Luer-Lock et filtrez l'échantillon dans une cuve d'échantillon propre pour la mesure. Utilisez de l'eau désionisée pour préparer le blanc. **6.** Réglez le zéro de l'appareil et lisez le résultat, conformément à la procédure. **7.** Multipliez par le facteur de dilution correspondant à la dilution retenue (10 ou 100).
Réducteurs puissants, tels que le sulfite, le thiosulfate et l'hydrosulfite	Inhibent le développement complet de la couleur ou réduisent la couleur bleue.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Substance interférente	Niveau d'interférence
Sulfure, niveaux élevés	Les fortes concentrations de sulfure peuvent inhiber le développement complet de la couleur. Utilisez un échantillon dilué au cours de la procédure d'analyse. Des pertes de sulfure peuvent se produire lorsque l'échantillon est dilué.
Turbidité	Prétraitez l'échantillon pour retirer le sulfure, puis utilisez l'échantillon prétraité comme blanc dans le cadre de la procédure d'analyse. Préparez un blanc exempt de sulfure de la façon suivante : **1.** Mesurez 25 ml d'échantillon dans un Erlenmeyer de 50 ml. **2.** Ajoutez 30 g/l d'eau de brome au compte-gouttes et en faisant tourner en permanence jusqu'à ce qu'une couleur jaune rémanente se forme. **3.** Ajoutez 30 g/l de solution de phénol au compte-gouttes et en la faisant tourner en permanence jusqu'à ce que la couleur jaune soit éliminée. **4.** Utilisez cette solution pour remplacer le blanc d'eau désionisée dans le cadre de la procédure d'analyse.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Les solutions étalon de sulfure ne sont pas stables et doivent être préparées par l'utilisateur. Reportez-vous à Méthodes standards, 4500S^{2-} pour les instructions de préparation et standardisation.

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
691	0,52 mg/l S^{2-}	0,50–0,54 µg/l S^{2-}	0,005 mg/l S^{2-}

Résumé de la méthode

Le sulfure d'hydrogène et les sulfures métalliques solubles dans l'acide réagissent avec le sulfate N,N-diméthyl-p-phénylènediamine pour former du bleu de méthylène. L'intensité de la couleur bleue est proportionnelle à la concentration en sulfure. Les niveaux élevés de sulfure dans les eaux de champs pétrolifères peuvent être déterminés après une dilution adéquate. La longueur d'onde de mesure est de 665 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du chrome hexavalent et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	4 l	27256
Kit de réactif pour sulfure	—	—	2244500
Inclut :			
Réactif 1 pour sulfure	1–2 ml	100 ml CGG	181632
Réactif 2 pour sulfure	1–2 ml	100 ml CGG	181732

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	2	Lot de 50	2185696
Pipette TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	varie	Lot de 50	2199796
Pipette, volume réglable, 0,2 à 1,0 ml	1	1	BBP078
Embouts pour pipettes de 0,2 à 1,0 ml	2	Lot de 100	BBP079
Pipette, volume réglable, 1,0 à 5,0 ml	1	1	BBP065
Embouts pour pipettes de 1,0 à 5,0 ml	1	Lot de 75	BBP068

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Bécher, 50 ml	1	50041H
Eau de brome, 30 g/l	29 ml	221120
Eprouvette de mélange graduée, 10 ml	1	2088638
Erlenmeyer, 50 ml	1	50541
Solution de phénol, 30 g/l	29 ml	211220
Pipette, sérologique, 10 ml	1	53238
Pro-pipette	1	1465100
Seringue, 10 cc, embout Luer-Lock	1	2202400
Seringue, 60 cc, embout Luer-Lock	1	2258700
Filtre de seringue, 0,45 µm, 33 mm (PVDF)	Lot de 50	2513603

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

HACH®
FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 10

Surfactants, anioniques (détergents)

DOC316.53.01138

Méthode Cristal violet[1]

Méthode 8028

0,002 à 0,275 mg/l en LAS (spectrophotomètres)

0,020 à 0,300 mg/l en LAS (colorimètres)

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir du document Analytical Chemistry, 38, 791 (1966).

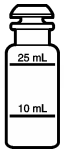
Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Instrument specific information PP affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2612602 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Cette procédure doit être effectuée dans une zone bien ventilée ou sous une hotte aspirante.
Vous pouvez utiliser de l'acétone pour enlever le benzène de la verrerie.
Afin d'éviter la formation de gouttelettes d'eau dans les cuves d'échantillon, utilisez uniquement des cuves d'échantillon sèches et mettez au rebut les premiers ml de benzène. D'autre part, il peut être utile de transférer le liquide de l'entonnoir vers une cuve d'échantillon, de le laisser reposer quelques secondes et de faire le décantage dans une deuxième cuve pour la mesure.
Une agitation excessive risque d'entraîner la formation d'une émulsion, ce qui ralentit la séparation des phases. Dans ce cas, soutirez la majeure partie de la couche d'eau, puis agitez doucement le contenu de l'entonnoir avec une barre propre à revêtement en Teflon® ou tout autre outil inerte.
Les réactifs renversés ont un impact sur la précision de l'analyse et présentent un danger, notamment pour la peau.

Pour de meilleurs résultats, mesurez la valeur du blanc de réactif pour chaque nouveau lot de réactif. Remplacez l'échantillon avec de l'eau désionisée pendant l'analyse afin de déterminer la valeur du blanc de réactif. Soustrayez automatiquement la valeur du blanc de réactif des résultats de l'échantillon avec l'option d'ajustement du blanc de réactif.
En cas de forte luminosité (p. ex., rayons directs du soleil), fermez le compartiment pour cuves, le cas échéant, avec le capot de protection pendant les mesures.
N'utilisez pas la cuve à circulation ou le module par aspiration (pour les appareils concernés) pour cette analyse.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Benzène, ACS	40 ml
Solution tampon, type sulfate	10 ml
Sachets de poudre de réactif aux détergents	1
Pince coupante (pour sachets de poudre)	1
Eprouvette graduée, 25 ml	1
Eprouvette graduée, 50 ml	1
Eprouvette graduée, 500 ml	1
Ampoule à décanter, 500 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2
Anneau de soutien, 4 pouces	1
Soutien, support d'anneau, base de 5 x 8 pouces	1

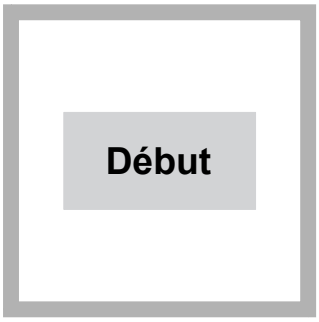
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Pour obtenir des résultats optimaux, analysez les échantillons dès que possible.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

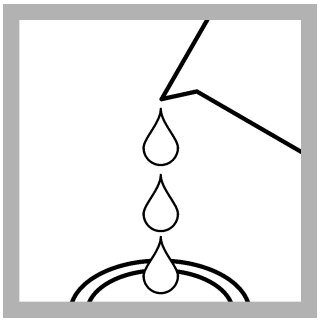


1. Lancez le programme **710 Surfactants**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

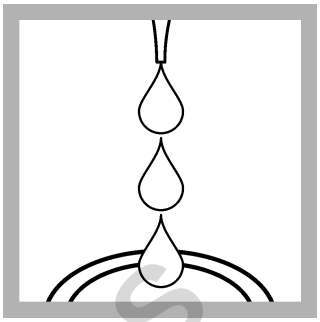
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



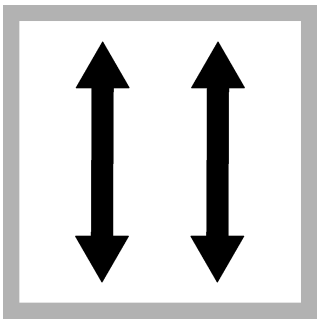
2. Remplissez une éprouvette graduée propre de 500 ml jusqu'au repère de 300 ml avec de l'échantillon.



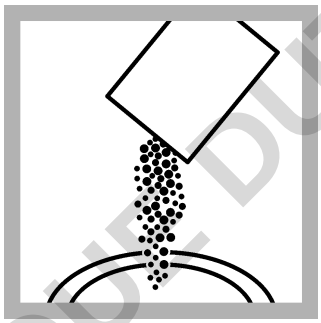
3. Versez l'échantillon de cette éprouvette dans une ampoule à décanter de 500 ml.



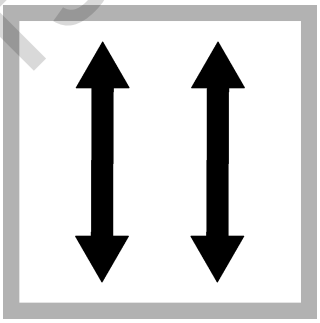
4. Ajoutez 10 ml de solution tampon de sulfate.



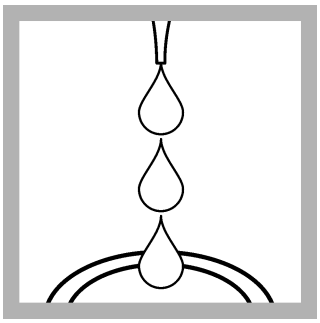
5. Fermez l'ampoule à décanter. Agitez l'ampoule à décanter pendant 5 secondes.



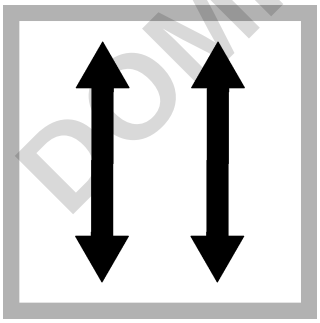
6. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif de détergent dans l'ampoule à décanter.



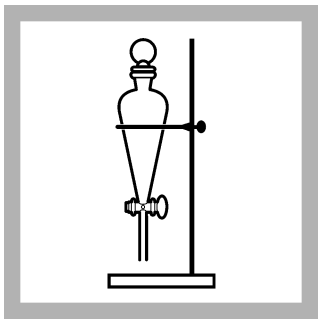
7. Fermez l'ampoule à décanter et agitez-la jusqu'à ce que la poudre se dissolve complètement. La poudre se dissout lentement.



8. Ajoutez 30 ml de benzène dans l'ampoule à décanter.



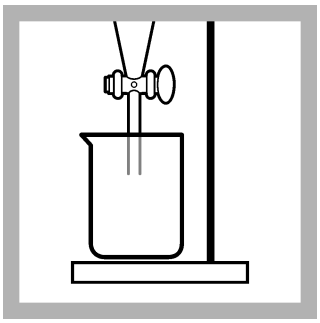
9. Fermez l'ampoule à décanter et agitez-la doucement pendant une minute.



10. Placez l'ampoule à décanter sur le portoir.

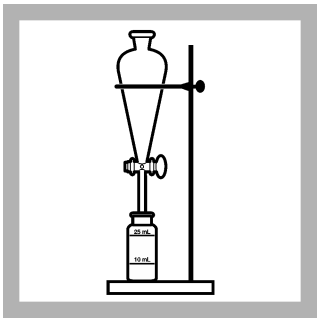


11. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 30 minutes commence.

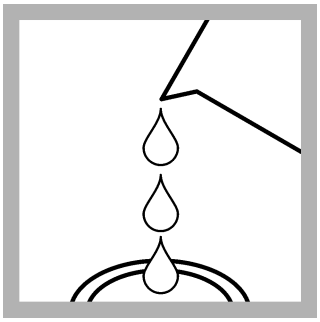


12. A la fin de la minuterie, retirez le bouchon et soutirez la couche d'eau inférieure. Mettez cette eau de côté afin de la mettre au rebut de façon sûre.

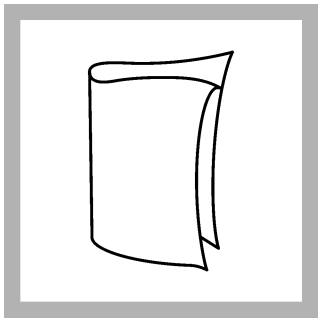
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



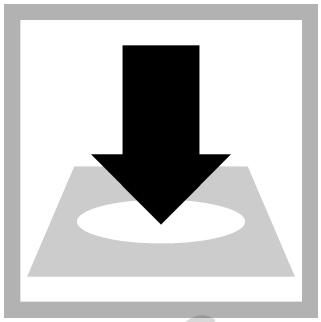
13. Préparation de l'échantillon : soutirez la couche supérieure de benzène dans une cuve d'échantillon propre. Fermez la cuve d'échantillon.
Ne filtrez pas la couche de benzène avant d'avoir mesuré la couleur. La filtration élimine la couleur bleue.



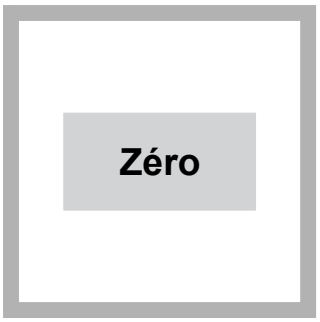
14. Préparation du blanc : remplissez une autre cuve d'échantillon jusqu'au repère de 10 ml avec du benzène pur. Fermez la cuve d'échantillon.



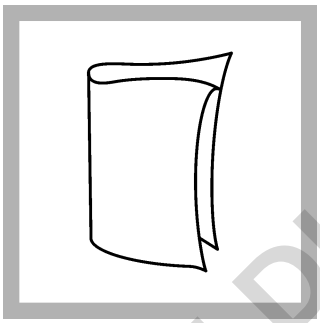
15. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



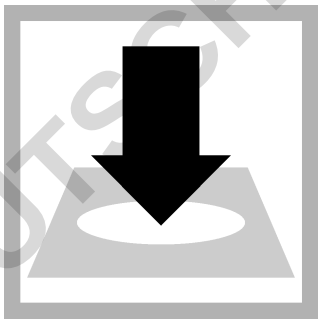
16. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



17. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique LAS à 0,000 mg/l.



18. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



19. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



20. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l LAS.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Chlorure	Les quantités élevées de chlorure, notamment dans les saumures et l'eau de mer, peuvent donner des résultats faibles.
Ions perchlorates	Interfèrent à tous les niveaux
Ions periodates	Interfèrent à tous les niveaux

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon pour détergents, LAS à 60 mg/l
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 300 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon pour détergents, LAS à 60 mg/l
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Pipette jaugée de 3 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de LAS à 0,180 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 3,0 ml de LAS à 60 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
710	LAS à 0,180 mg/l	LAS à 0,172–0,188 mg/l	LAS à 0,002 mg/l

Résumé de la méthode

Les détergents, ABS (alkyl-benzène-sulfonate) ou LAS (alcoylsulfonates linéaires), sont déterminés par association avec la teinture au cristal violet et l'extraction de la paire

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

d'ions en benzène. La longueur d'onde de mesure est de 605 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du benzène et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif de détergents	—	—	2446800
Inclut :			
Benzène, ACS	40 ml	4 litres	1444017
Solution tampon, type sulfate	10 ml	500 ml	45249
Sachet de poudre de réactif de détergent	1 sachet	Lot de 25	100868

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pince coupante pour sachets en plastique	1	1	96800
Eprouvette graduée, 25 ml	1	1	50840
Eprouvette graduée, 50 ml	1	1	50841
Eprouvette graduée, 500 ml	1	1	50849
Ampoule à décanter, 500 ml	1	1	52049
Anneau de soutien, 4 pouces	1	1	58001
Soutien, support d'anneau, base de 5 x 8 pouces	1	1	56300

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon de détergent, ampoule Voluette® de 10 ml, 60 mg/l LAS	Lot de 16	1427110

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Acétone, ACS	500 ml	1442949
Bécher, 600 ml	1	50052
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Pipette, jaugée, classe A, 3 ml	1	1451503

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.
01/2014, Edition 9

Solides en suspension

DOC316.53.01139

Méthode photométrique[1]

Méthode 8006

5 à 750 mg/l TSS

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires.

[1] Adaptée à partir du document Sewage and Industrial Wastes, 31, 1159 (1959).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Pour les méthodes turbidimétriques, installez le capuchon ou capot de tous les appareils avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
N'utilisez pas la cuve à circulation ou le module par aspiration (pour les appareils concernés) pour cette analyse.

Eléments à préparer

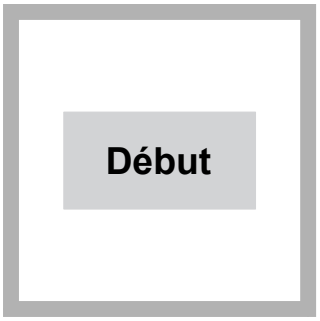
Description	Quantité
Bécher, 600 ml, polypropylène	1
Mélangeur	1
Eprouvette graduée de 500 ml, polypropylène	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 3 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

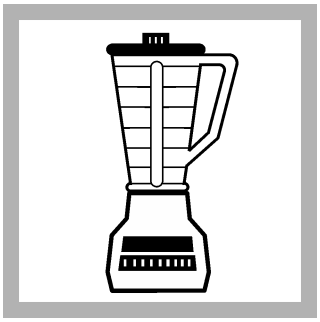
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 7 jours.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

Procédure photométrique

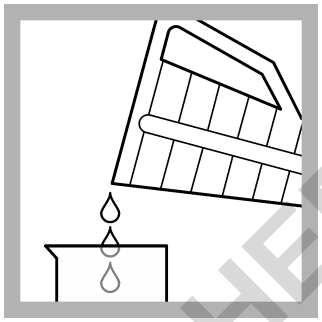


1. Lancez le programme **630 Suspended Solids**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

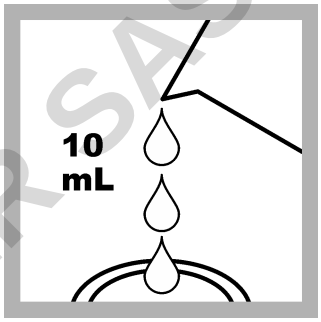
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



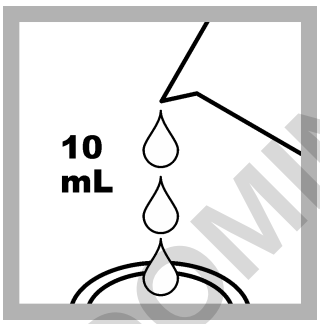
2. Mélangez 500 ml d'échantillon dans un mélangeur à grande vitesse pendant exactement deux minutes.



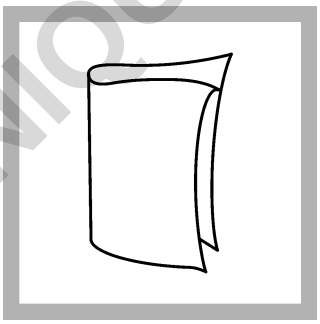
3. Versez l'échantillon mélangé dans un bécher de 600 ml.



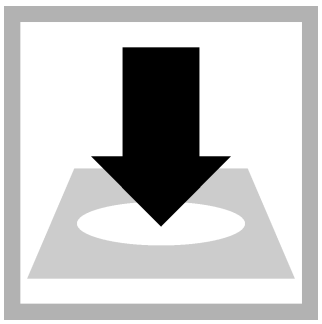
4. Préparation de l'échantillon : agitez l'échantillon et versez immédiatement 10 ml d'échantillon mélangé dans une cuve d'échantillon.



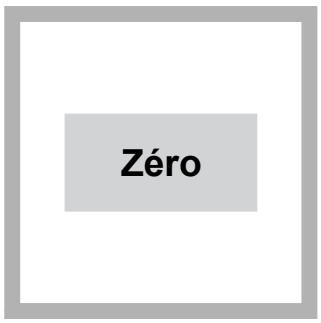
5. Préparation du blanc : remplissez une deuxième cuve d'échantillon avec 10 ml d'eau du robinet ou désionisée.



6. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

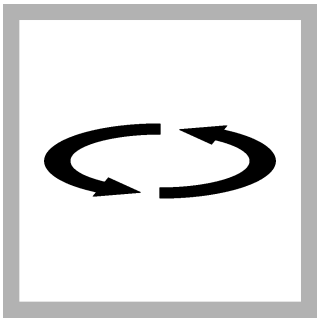


7. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

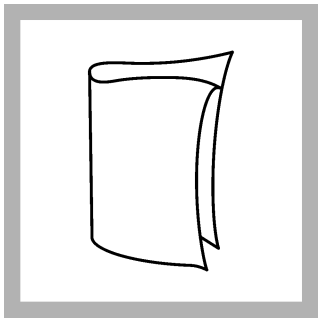


8. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l TSS.

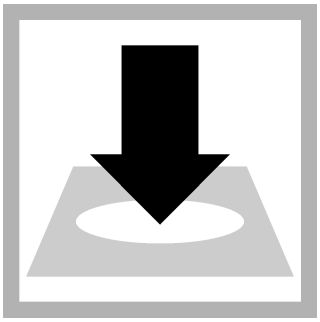
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



9. Faites tourner l'échantillon préparé pour éliminer toutes les bulles de gaz et mettre tous les résidus en suspension de façon uniforme.



10. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



11. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



12. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l TSS.

Interférences

Les échantillons présentant une forte absorption à la longueur d'onde de mesure, tels que les teintures bleues, risquent de fausser les mesures, avec un écart important. Il est conseillé d'appliquer un étalonnage défini par l'utilisateur pour ces échantillons.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

L'étalonnage de cette analyse repose sur la méthode gravimétrique avec des échantillons parallèles d'effluents provenant d'une usine de retraitement municipale. Pour la plupart des échantillons, cet étalonnage apporte des résultats satisfaisants. Si une précision supérieure est requise, effectuez des déterminations spectrophotométriques et gravimétriques avec des portions du même échantillon. Effectuez le nouvel étalonnage sur l'échantillon voulu en vous basant sur une technique gravimétrique.

Résumé de la méthode

Cette méthode de détermination du total des solides en suspension est une mesure simple et directe qui ne nécessite pas les étapes de filtration ou dosage/pesage propres aux procédés gravimétriques. L'USEPA fait spécifiquement référence à la méthode gravimétrique pour les déterminations de solides, tandis que cette méthode est souvent utilisée pour la vérification des processus dans les centres de traitement. La longueur d'onde de mesure est de 810 nm (DR 1900 : 800 nm) pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bécher, 600 ml, polypropylène	1	1	108052
Mélangeur, 2 vitesses, 120 V c.a.	1	1	2616100
Mélangeur, 2 vitesses, 240 V c.a.	1	1	2616102
Eprouvette graduée, 500 ml, polypropylène	1	1	108149

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Tannin et lignine

DOC316.53.01140

Méthode Tyrosine[1]

Méthode 8193

Tannins à 0,1 à 9,0 mg/l (en acide tannique)

Solution de réactif

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et les eaux de chaudières.

[1] Adaptée à partir du document Kloster, M.B., Journal American Water Works Association, Vol. 66, No. 1, p. 44 (1974).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Mesurez avec précision le volume du réactif. Utilisez une pipette jaugée ou haute précision si possible.
Filtrez les échantillons troubles avec du papier-filtre et un entonnoir. Les résultats sont en mg/l d'acide tannique soluble.
La cuve à circulation peut être utilisée (pour les appareils concernés) à condition de bien la rincer avec de l'eau désionisée entre le blanc et les échantillons préparés.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

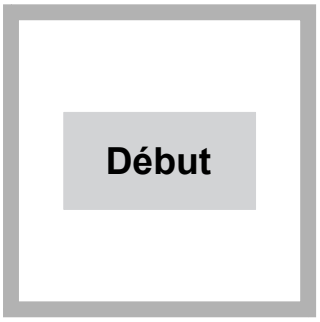
Description	Quantité
Kit de réactif pour tannin et lignine :	
Solution de carbonate de sodium	10 ml
Réactif pour tannin et lignine TanniVer™ 3	1 ml
Eprouvette graduée de mélange, 25 ml	2
Pro-pipette	1
Pipette, jaugée, classe A, 5,0 ml	1
Pipette, jaugée, classe A, 0,5 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2
Eau désionisée	25 ml

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Prise d'échantillons

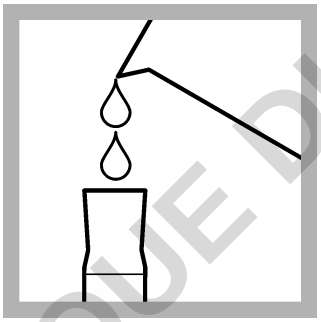
- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.

Procédure à la tyrosine

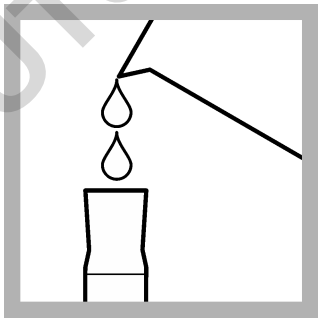


1. Lancez le programme **720 Tannin & Lignin**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

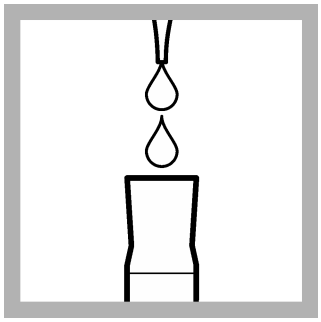
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Préparation du blanc : Remplissez une éprouvette de mélange de 25 ml jusqu'au repère de 25 ml avec de l'eau désionisée.

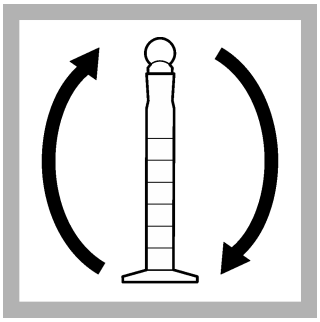


3. Préparation de l'échantillon : Remplissez une deuxième éprouvette de mélange de 25 ml jusqu'au repère de 25 ml avec de l'échantillon.

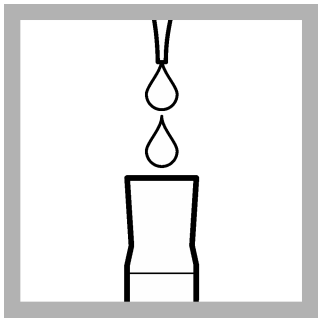


4. Pipetez 0,5 ml de réactif pour tannin et lignine TanniVer™ 3 dans chaque éprouvette.

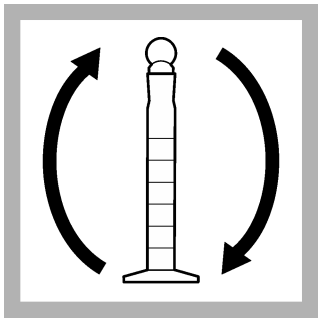
HACH COMMERCIALISÉ PAR HACH LANGE FRANCE SAS



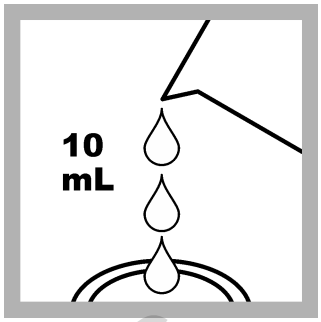
5. Fermez les deux éprouvettes. Retournez-les plusieurs fois pour en mélanger le contenu.



6. Ajoutez 5,0 ml de solution de carbonate de sodium dans chaque éprouvette.



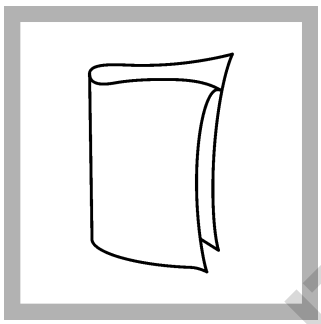
7. Fermez les deux éprouvettes. Retournez-les plusieurs fois pour en mélanger le contenu. Une couleur bleue se développe en présence de tannins et/ou lignines.



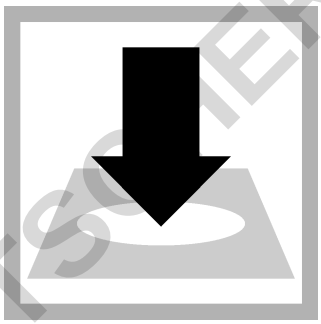
8. Versez 10 ml de chaque solution dans deux cuves d'échantillon.



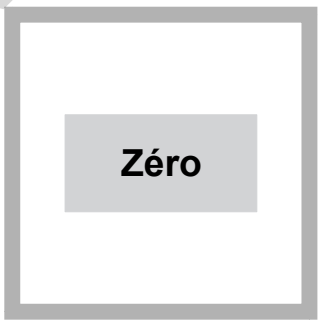
9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 25 minutes commence.



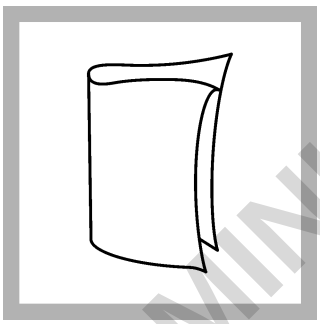
10. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



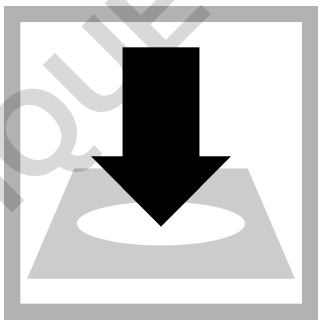
11. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



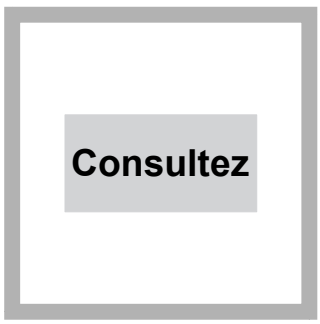
12. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique tannins à 0,0 mg/l (en acide tannique).



13. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



14. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



15. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/L (en acide tannique).

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Fer ferreux	Crée une interférence positive. (2 mg/l de fer ferreux produisent une couleur équivalente à environ 1 mg/l d'acide tannique.) Pour supprimer l'interférence du fer ferreux jusqu'à 20 mg/l, ajoutez une mesure de 0,2 g de pyrophosphate de sodium à l'échantillon avant l'analyse.
Sulfite	Pour éliminer l'interférence du sulfite, ajoutez 1 ml de formaldéhyde[1] à l'échantillon avant son analyse.

[1] Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 5 pour les informations de commande.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- 0,200 g d'acide tannique, qualité analytique
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Flacon jaugé de 500 ml, classe A
- Pipette jaugée de 15 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution mère de acide tannique à 200 mg/l de la façon suivante :
   a. Ajoutez 0,200 g d'acide tannique dans un flacon jaugé de 1 l.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez la solution mère chaque mois.
2. Préparez une solution mère de acide tannique à 6,0 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 15,00 ml d'acide tannique à 200 mg/l dans un flacon jaugé de 500 ml.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez la solution étalon chaque jour.
3. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
4. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
720	acide tannique à 6,0 mg/l	acide tannique à 5,8–6,2 mg/l	acide tannique à 0,1 mg/l

Résumé de la méthode

Cette analyse mesure tous les composés aromatiques hydroxylés, ce qui inclut le tannin, la lignine, le phénol et le crésol. Cette méthode produit une couleur bleue dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de ces composants dans l'échantillon. Les résultats donnent le total de tannin et de lignine, ainsi que la concentration en mg/l d'acide tannique. La longueur d'onde de mesure est de 700 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	4 l	27256
Kit de réactif pour tannin et lignine	1	Jusqu'à 100 analyses	2244600
Inclut :			
Solution de carbonate de sodium	10 ml	500 ml	67549
Réactif pour tannin et lignine TanniVer™ 3	1 ml	100 ml	256032

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml avec bouchon	2	1	2088640
Pro-pipette	1	1	1465100
Pipette, jaugée, classe A, 5,00 ml	1	1	1451537
Pipette, jaugée, classe A, 0,5 ml	1	1	1451534

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Acide tannique, qualité analytique	113 g	79114

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453
Flacon jaugé en verre, classe A, 500 ml	1	1457449
Formaldéhyde, ACS	100 ml CGG	205932
Pipette, jaugée, classe A, 15 ml	1	1451539
Pyrophosphate de sodium	50 g	1429525
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Balance, analytique, 80 g x 0,1 mg, 100 à 240 V c.a.	1	2936701
Papier, pour pesée, 100 x 100 mm	Lot de 500	1473885
Spatule, micro	1	1225600

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Toxicité

DOC316.53.01141

Méthode ToxTrak™[1, 2] **Méthode 10017**

Inhibition de 0 à 100 % **Tubes Test ‘N Tube™**

Cadre d'application: Pour les eaux potables, résiduaires et naturelles.

[1] Liu, D., Bull. Environ. Contm. Toxicol. 26, 145-149 (1981)
[2] Evaluée dans le cadre des réglementations du programme ETV (Environmental Technology Verification), novembre 2003

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les paramètres requis de l'adaptateur et de l'écran protecteur de la lumière pour les appareils qui les utilisent.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil pour les tubes à essai

Appareil	Adaptateurs	Ecran protecteur de la lumière
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Capot fourni avec l'appareil

[1] L'adaptateur D n'est disponible que sur certaines versions d'appareils.

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
DR 3900, DR 3800, DR 2800 et DR 2700 : placez l'écran protecteur de la lumière dans le compartiment pour cuves n ° 2 avant de procéder à cette analyse.
Ne laissez pas les tubes dans l'instrument pendant l'incubation. Assurez-vous que l'ensemble des échantillons et des cuves de contrôle disposent de conditions similaires de température et lumière pendant la réaction.
Si les échantillons contiennent du chlore, ajoutez deux gouttes de thiosulfate de sodium dans chaque blanc et échantillon avant de lancer l'analyse.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Tube de bouillon pour le décompte des bactéries	1 tube
Pipette, transfert, stérile	2
Test 'N Tube, avec bouchon	1

Eléments à préparer (suite)

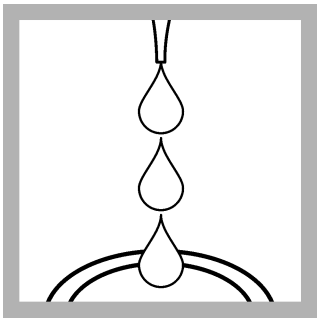
Description	Quantité
Thiosulfate de sodium	varie
Sachets de poudre de réactif ToxTrak™	2
Solution accélératrice ToxTrak™	4 gouttes
Eau désionisée	varie
Pince coupante	1
Incubateur	1
Pipette, jaugée, classe A, 5,00 ml et pro-pipette	1

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

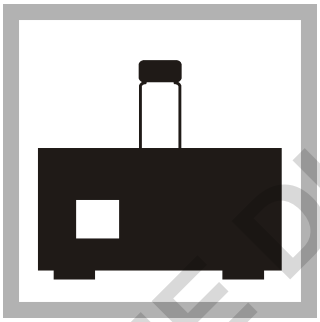
Prise d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- S'il s'agit d'un échantillon d'eau potable, prenez l'échantillon de contrôle dans un réservoir d'eau du robinet réputé comme exempt de toxines, si possible.

Développement de l'inoculum avec biomasse indigène



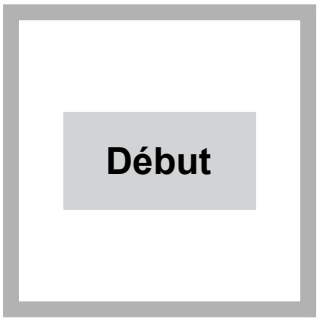
1. Utilisez l'une des pipettes compte-gouttes fournies pour ajouter 1,0 ml de culture source (biomasse indigène) au tube de bouillon de numération bactérienne totale. Vous pouvez également utiliser des sources commerciales de bactéries lyophilisées.



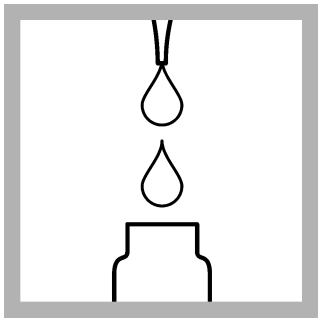
2. Incubez le contenu des tubes à 35 °C (95 °F) jusqu'à ce que le bouillon soit visiblement turbide (environ 12 heures). La culture peut être conservée plusieurs jours dans l'incubateur ou à température ambiante. Pour obtenir les meilleurs résultats, utilisez-la dans les 72 heures.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

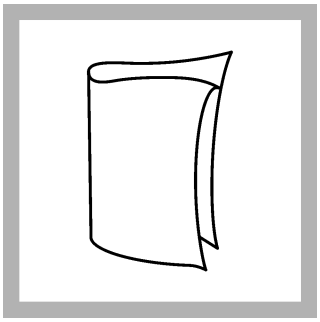
Procédure colorimétrique avec tube de réaction



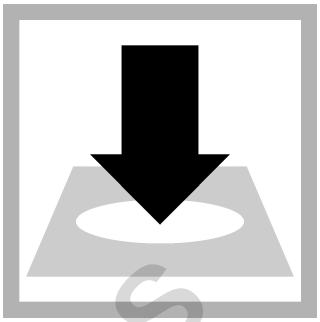
1. Appuyez sur **Single Wavelength** (Longueur d'onde unique) et entrez la longueur d'onde. Reportez-vous à Résumé de la méthode à la page 7 et Informations propres à l'appareil à la page 1.



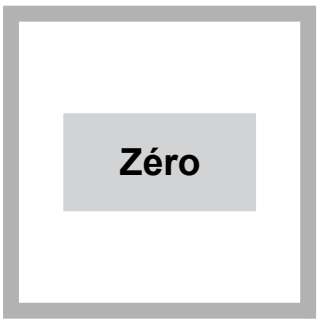
2. Préparation du blanc : remplissez un tube Test 'N Tube vide jusqu'en haut de l'étiquette avec de l'eau désionisée.



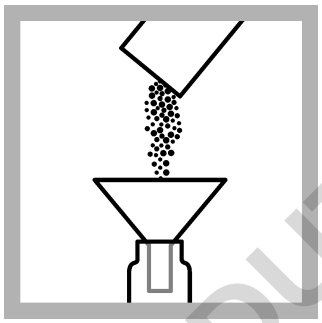
3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



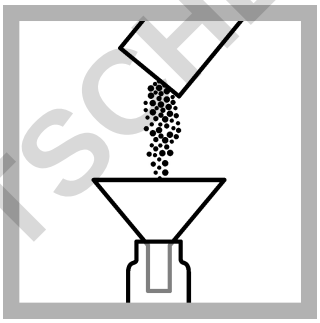
4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



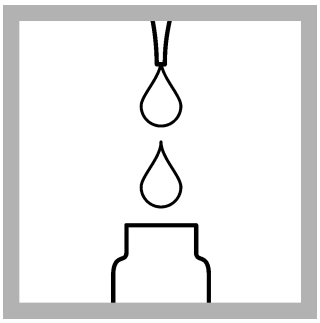
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 Abs.



6. Notez « contrôle » sur l'un des tubes Test 'N Tube. Ensuite, ouvrez un sachet de poudre de réactif ToxTrak et ajoutez le contenu dans le tube vide.

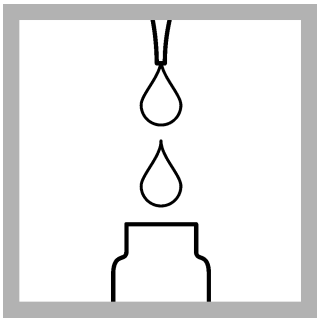


7. Pour chaque échantillon ou dilution, notez le numéro d'échantillon sur chaque tube Test 'N Tube. Ensuite, ouvrez un sachet de poudre de réactif ToxTrak et ajoutez le contenu dans le tube d'échantillon vide.

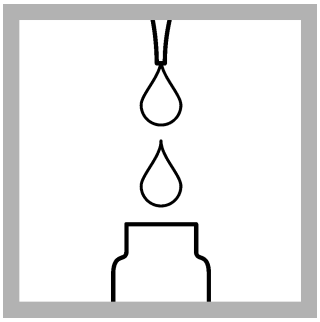


8. Ajoutez 5,0 ml d'eau désionisée dans le tube Test 'N Tube. Utilisez de l'eau désionisée exempte de toxicité ou toute autre source d'eau représentative du seuil de toxicité.

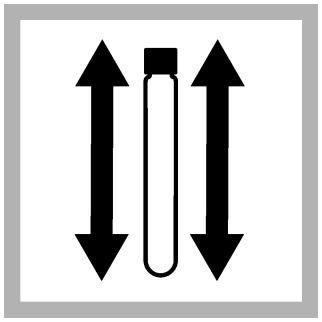
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



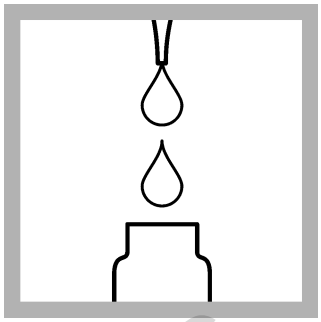
9. Ajoutez 5,0 ml d'échantillon (ou dilution) dans chaque tube d'échantillon.
Reportez-vous à la section Interprétation des résultats à la page 6 pour déterminer le seuil approximatif de toxicité d'un échantillon.



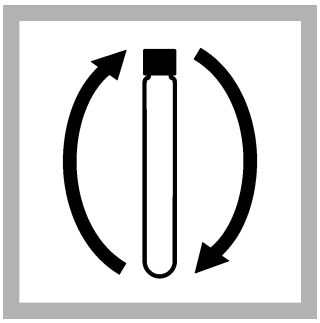
10. Ajoutez deux gouttes de solution accélératrice dans chaque tube.



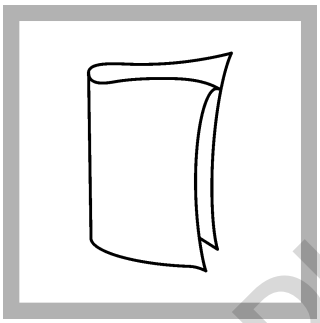
11. Fermez le tube et agitez-le pour mélanger son contenu.
Agitez-le pour oxygéner les échantillons, de sorte que la concentration d'oxygène n'affecte pas le taux de respiration.



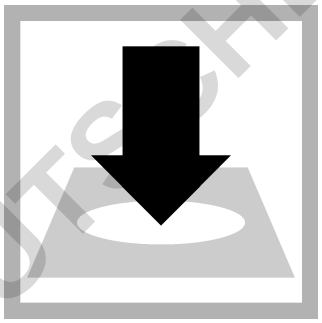
12. Ajoutez 0,5 ml d'inoculum (préalablement préparé) dans chaque tube.



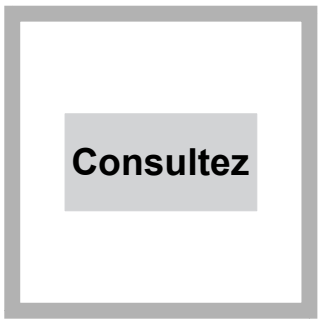
13. Fermez le tube et retournez-le pour mélanger son contenu.



14. Nettoyez le tube « contrôle ».



15. Insérez le tube « contrôle » dans le porte-cuve.

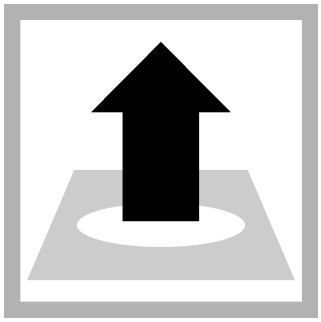


16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Notez la valeur d'absorbance.
Répétez les étapes 14 et 15 pour tous les échantillons et toutes les dilutions.
Enregistrez toutes les valeurs d'absorbance.

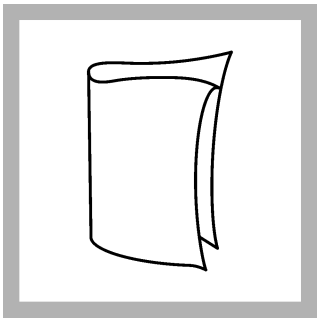
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



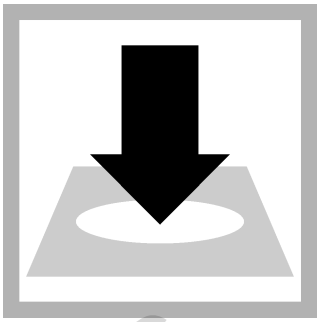
17. Laissez les solutions réagir dans les tubes jusqu'à ce que l'absorbance de la solution « contrôle » se soit réduite de 0,60 (± 0,10) Abs. Cela peut nécessiter 45 à 75 minutes. Retournez les tube de temps à autre.
Le temps de réaction varie en fonction de la température, l'âge de la culture, la concentration bactérienne, etc.



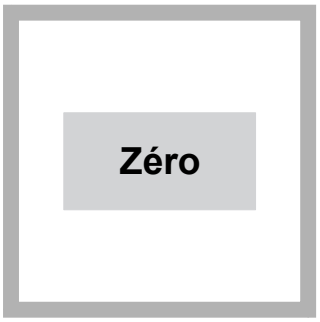
18. Retirez la solution « contrôle » du porte-cuve lorsque l'absorbance de la solution contrôle s'est réduite de 0,60 (± 0,10) Abs.



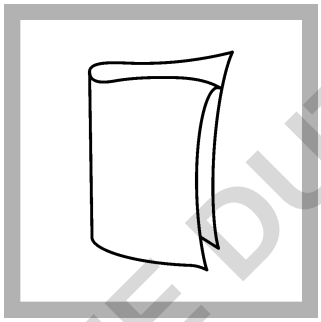
19. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



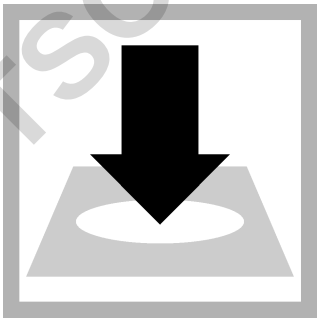
20. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



21. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,000 Abs.



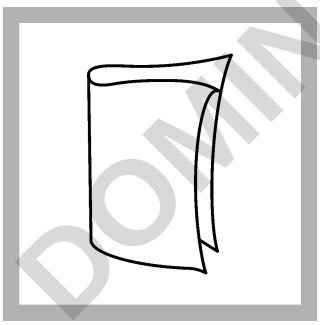
22. Nettoyez le tube « contrôle ».



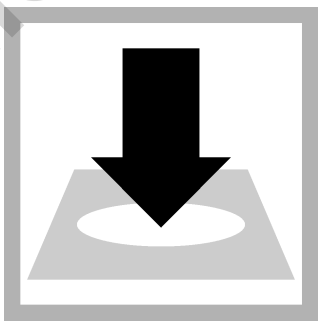
23. Insérez le tube « contrôle » dans le porte-cuve.



24. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure).
Notez la valeur d'absorbance.



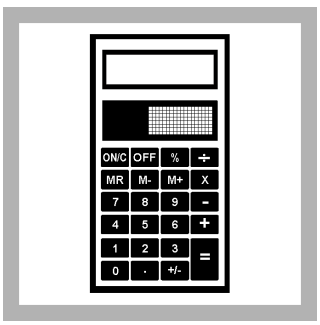
25. Nettoyez chaque tube d'échantillon ou de dilution.



26. Insérez chaque échantillon ou dilution dans le porte-cuve.



27. Appuyez sur **Read** (Mesure).
Notez toutes les valeurs d'absorbance.



28. Calculez le % d'inhibition. Reportez-vous au Calcul de l'inhibition à la page 5.

Calcul de l'inhibition

Calculez le % d'inhibition :

$\% I = 1–(\Delta A_{échantillon}/\Delta A_{contrôle}) \times 100$

où : Δ A = valeur initiale d'absorbance–valeur d'absorbance finale

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Exemple :

Absorbance de contrôle : initiale = 1,500 abs, finale = 0,900 abs ; $\Delta A_{contrôle}$ = 0,600

Absorbance de l'échantillon : initiale = 1,700 abs, finale = 1,300 abs ; $\Delta A_{échantillon}$ = 0,400

% I = 1–(0,400/0,600) x 100 = 33 %

Interprétation des résultats

Les résultats sous forme de pourcentage d'inhibition (% I) constituent une mesure relative. Ils ne donnent pas une mesure quantitative réelle de la concentration toxique. Le pourcentage d'inhibition n'augmente pas nécessairement en proportion directe par rapport à la concentration de toxines.

Les résultats inférieurs à 10 % ne sont pas fiables, mais permettent de disposer d'une estimation de la toxicité lorsque les résultats sont reproductibles. Lorsque l'inhibition d'un échantillon est inférieure à 10 %, répétez l'analyse plusieurs fois. Examinez la série de points de données pour évaluer la probabilité de toxicité. Reportez-vous au Tableau 2.

Certaines toxines augmentent la respiration et donnent un pourcentage d'inhibition négatif pour tous les tests de toxicité basés sur la respiration. Après répétition de l'analyse, les échantillons dont le pourcentage d'inhibition est davantage négatif que –10 % doivent être considérés comme toxiques.

Tableau 2 Interprétation des résultats inférieurs à 10 %

Points de données : pourcentage d'inhibition	Conclusion
7 %, 9 %, 5 %, 8 %, 5 %	Peut être légèrement toxique
7 %, -4 %, -5 %, 5 %, 1 %	Probablement non toxique
-7 %, -9 %, -5 %, -8 %, -5 %	Peut être légèrement toxique

Concentration minimale avec effet observé (CMEO)

En raison des nombreuses variables intervenant dans l'analyse, la limite de détection est d'environ 10 % d'inhibition. Ceci est corrélé avec la concentration minimale avec effet observé (CMEO).

Concentration sans effet observé (CSEO)

Pour déterminer la concentration minimale d'inhibition d'une toxine :

1. Diluez 1 ml d'échantillon dans de l'eau désionisée pour obtenir 10 ml de solution.
2. Analysez cette solution et recherchez le pourcentage d'inhibition pour la dilution.
3. Diluez 1 ml de l'échantillon dilué à l'étape 1 dans de l'eau désionisée pour obtenir 10 ml de solution.
4. Analysez cette solution et recherchez le pourcentage d'inhibition pour la dilution.
5. Continuez à diluer graduellement l'échantillon par 10 (dilution par 10, 100, 1 000, etc.) jusqu'à ce que vous obteniez une inhibition de 0 % dans le calcul final. Lorsque vous parvenez à une inhibition de 0 %, la dilution représente le seuil approximatif de toxicité pour un échantillon. Il s'agit alors de la concentration sans effet observé (CSEO).

Destruction des cultures

Détruisez les cultures bactériennes actives en appliquant l'une des méthodes suivantes :

- Autoclavez les tubes à essai utilisés à 121 °C (250 °F) pendant 15 minutes sous 1 bar. Une fois les récipients stérilisés, versez le contenu à l'évier sous l'eau courante. Les tubes de réaction vides peuvent être lavés et réutilisés.
- Stérilisez les tubes utilisés au moyen d'eau de Javel ménagère diluée 10 fois. Videz le contenu des tubes à essai et placez les tubes dans la solution d'eau de Javel. Ménagez 10 à 15 minutes de contact avec la solution de Javel. Versez le liquide à l'évier et lavez les tubes vides pour réutilisation.

Résumé de la méthode

Cette méthode repose sur la réduction de bleu d'alamar, une teinture à activité rédox (oxydo-réduction), par respiration bactérienne. Le bleu d'alamar réduit vire du bleu au rose. Des substances toxiques peuvent inhiber le taux de réduction du bleu d'alamar. Un accélérant chimique a été ajouté afin de raccourcir le temps de réaction. La longueur d'onde de mesure est de 603 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	500 ml	27249
Kit de réactif ToxTrak™	1	Lot de 25	2597200
Inclut :			
Kit de milieux, tubes de comptage du nombre total de bactéries	1	Lot de 15	2277700
Pipette, transfert, stérile	1	Lot de 15	2232512
Solution étalon de thiosulfate de sodium, 0,0246 N	varie	100 ml	2409232
Sachets de poudre de réactif ToxTrak™	2	Lot de 50	2560766
Solution accélératrice ToxTrak™	4 gouttes	15 ml FCGA	2560836
Tubes en verre, 16 x 100 mm	1	Lot de 6	2275806
Bouchons, blancs, revêtement en Teflon, pour tubes de 16 mm	2	Lot de 6	2241106

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Pince coupante	1	1	93600
Compte-gouttes en plastique, 0,5 et 1,0 ml	2	Lot de 20	2124720
Forceps, bout carré plat	1	1	1453700
Incubateur, Dri-Bath, 12 puits, 120 V c.a.	1	1	2281400
Pipette, jaugée, classe A, 5,00 ml	1	1	1451537
Pro-pipette	1	1	1465100

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Portoir de tube à essai, acier inoxydable	1	1864100
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Souches DBO (polysouche)	Lot de 50	2918700
Crayon de laboratoire, marqueur permanent	1	2092000

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Turbidité

DOC316.53.01332

Méthode absorptiométrique[1]

Méthode 8237

21 à 1 000 FAU

Cadre d'application: Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer.

[1] Adaptée à partir du document FWPCA Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, 275 (1969).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le tableau de cette section affiche l'ensemble des appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le Instrument specific information PP donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Pour les échantillons très colorés ou troubles, utilisez une portion filtrée d'échantillon et non pas de l'eau désionisée pour le blanc.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

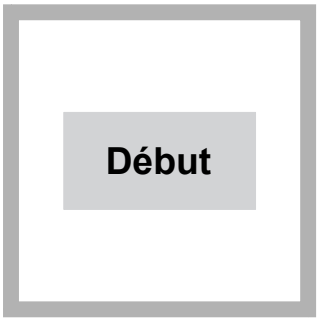
Description	Quantité
Cuves d'échantillon	2

Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 4 pour les informations de commande.

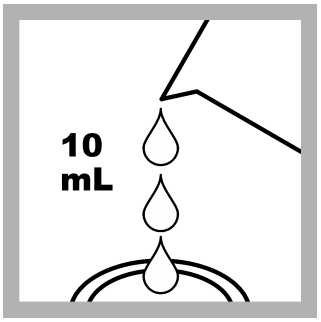
Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 48 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

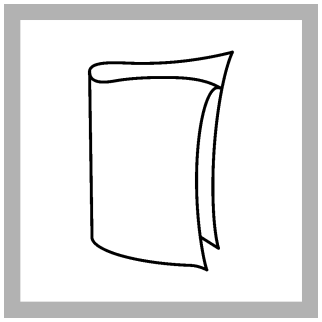
Méthode absorptiométrique



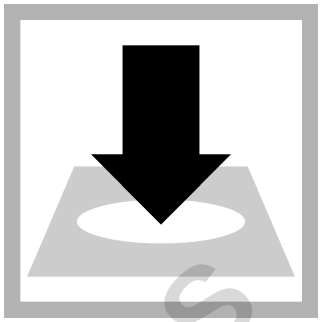
1. Lancez le programme **745 FAU**.



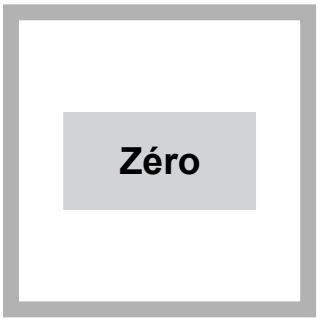
2. Préparation du blanc : remplissez une cuve d'échantillon avec 10 ml d'eau désionisée.



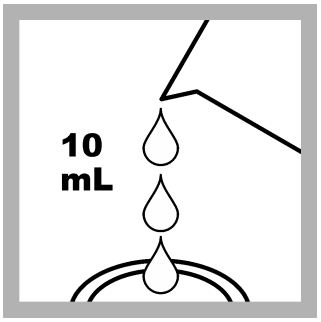
3. Nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



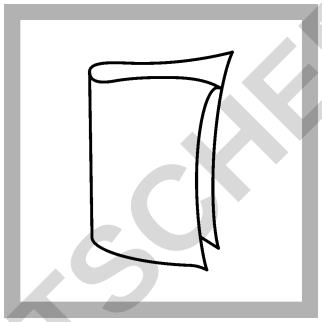
4. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



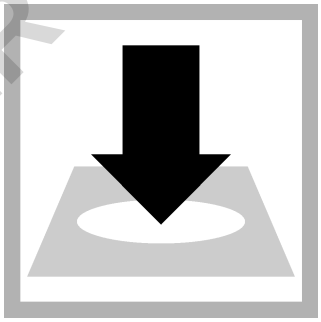
5. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 FAU.



6. Préparation de l'échantillon : remplissez une seconde cuve d'échantillon avec 10 ml d'échantillon. Mélangez l'échantillon bien avant de l'ajouter dans la cuve d'échantillon.



7. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



8. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



9. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en unités d'atténuation de formazine (FAU).

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Bulles d'air	Interfèrent à tous les niveaux. Utilisez le kit de kit de dégazage ou un bain ultrasonique pour dégazer les échantillons.
Couleur	Interfère si la couleur absorbe la lumière à la longueur d'onde de la mesure.
Températures extrêmes	Peuvent interférer en modifiant la turbidité de l'échantillon. Analysez les échantillons dès que possible après leur prise. Analysez-les à la température à laquelle ils ont été pris.

Vérification de l'exactitude

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution-mère de formazine 4 000 NTU
- Flacon jaugé de 100 ml, classe A
- Pipette jaugée de 5 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de formazine 200 FAU de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 5,00 ml de formazine 4 000 NTU dans le flacon jaugé. Vous pouvez également utiliser une solution étalon StablCal™ de 200 NTU.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
745	200 FAU	195–205 FAU	21 FAU

Résumé de la méthode

Cette analyse de la turbidité mesure une propriété optique de l'échantillon qui résulte de la diffusion et de l'absorption de la lumière par les particules de l'échantillon. La turbidité ainsi mesurée dépend de variables telles que la taille, la forme, la couleur et les propriétés de réfraction des particules. Cette procédure est étalonnée au moyen d'étalons de turbidité de formazine et les mesures sont exprimées sous forme d'unités d'atténuation de formazine (FAU - Formazin Attenuation Units). Cette analyse ne peut pas être utilisée dans le cadre des rapports USEPA, mais peut servir à la surveillance routinière des sites. Une unité FAU est équivalente à une unité de turbidité néphélométrique (NTU - Nephelometric Turbidity Unit) de formazine. Cependant, la méthode optique de mesure des unités FAU est très différente de la méthode

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

néphélométrique (NTU), car 1 NTU = 1 FTU = 1 FAU lors des références aux étalons primaires de formazine. Les résultats des analyses sont mesurés à 520 nm.

Consommables et éléments de rechange

Accessoires et étalons recommandés

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Solution mère de formazine, 4 000 NTU	1	500 ml	246149
Huile de silicone	1	15 ml CG	126936
Etalon de turbidité stabilisée StablCal, 200 NTU	1	500 ml	2660449
Eau désionisée	varie	4 l	27256

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Bain, ultrasons	1	2489500
Flacon, lavage, 250 ml	1	62031
Flacon jaugé en verre, classe A, 100 ml	1	1457442
Flacon, filtre, 500 ml	1	54649
Porte-filtre, magnétique	1	1352900
Pompe de filtration, trompe	1	213100
Chiffon de lubrification, pour l'application d'huile de silicone	1	2687300
Pro-pipette	1	1465100
Pipette, jaugée, 5,00 ml	1	1451537
Kit de dégazage d'échantillon	1	4397500
Bouchon, caoutchouc, un trou, n° 7	Lot de 6	211907
Tube, caoutchouc, 5/16 pouces diamètre intérieur	3,66 m (12 pieds)	56019
Pince en plastique	1	1428200

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2013. Tous droits réservés.

04/2013, Edition 8

Acides volatils

DOC316.53.01144

Méthode Estérification[1] **Méthode 8196**

27 à 2 800 mg/l (en acide acétique) **Solution de réactif**

Cadre d'application: Pour les boues de minéralisateurs.

[1] Adaptée à partir du document The Analyst, 87, 949 (1962).

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Centrifugeuse	1
Tubes et bouchons de centrifugeuse	2
Eprouvette graduée de 10 ml	1

Eléments à préparer (suite)

Description	Quantité
Ethylène glycol	3 ml
Solution de chlorure ferrique-acide sulfurique	20 ml
Entonnoir et papier-filtre	varie
Plaque chauffante	1
Solution d'hydrochlorure d'hydroxylamine, 100 g/l	1 ml
Pro-pipette	1
Pipette, 2 ml	1
Pipette jaugée, classe A, 0,50 ml[1]	1
Pipette jaugée, classe A, 10 ml	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 4.5 N	4 ml
Solution étalon d'acide sulfurique, 19,2 N	0,4 ml
Bain-marie et portoir	1
Eau désionisée	20,5 ml

[1] Vous pouvez utiliser une pipette TenSette dans le cadre de cette procédure.

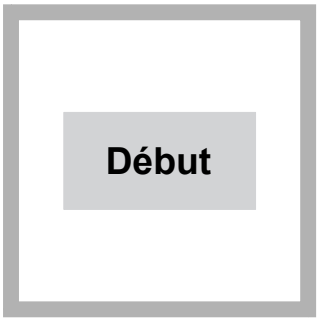
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 6 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Recueillez les échantillons dans des flacons en plastique ou en verre propres.
- Afin de conserver les échantillons pour analyse ultérieure, maintenez-les à une température inférieure ou égale à 6 °C (43 °F) pendant un maximum de 24 heures.
- Laissez la température de l'échantillon augmenter jusqu'à la température ambiante avant son analyse.

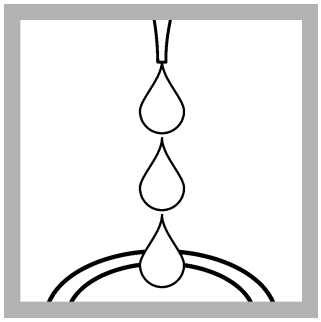
DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Méthode par estérification

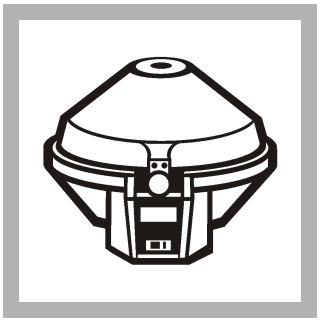


1. Lancez le programme **770 Volatile Acids**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

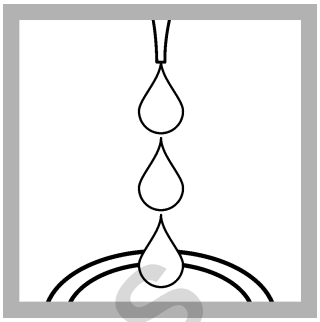
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



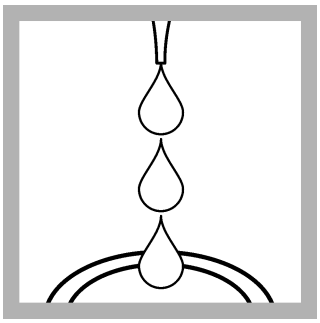
2. Préparation du blanc : utilisez une pipette pour ajouter 0,5 ml d'eau désionisée dans une cuve d'échantillon.



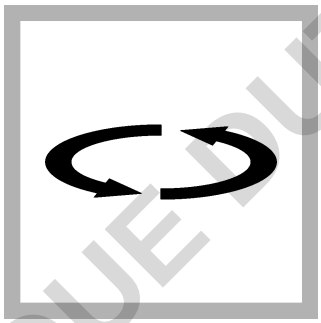
3. Utilisez un filtre ou une centrifugeuse pour séparer 10 ml d'échantillon.



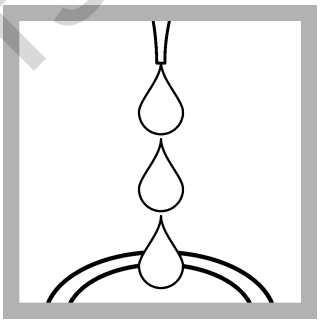
4. Préparation de l'échantillon : utilisez une pipette pour ajouter 0,5 ml de filtrat ou de surnageant dans une deuxième cuve d'échantillon.



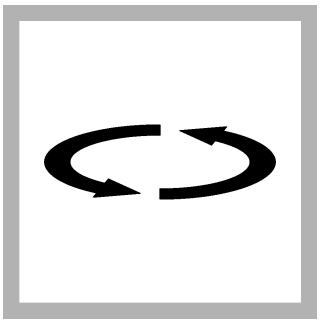
5. Ajoutez 1,5 ml d'éthylène glycol dans chaque cuve d'échantillon.



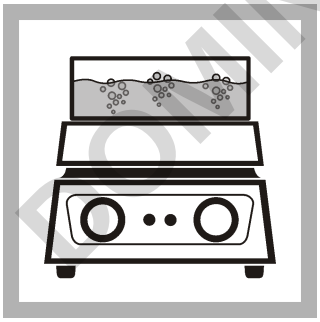
6. Faites tourner pour mélanger.



7. Ajoutez 0,2 ml d'acide sulfurique 19,2 N dans chaque cuve d'échantillon.



8. Faites tourner pour mélanger.



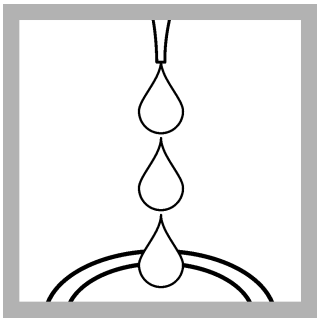
9. Placez les deux cuves dans un bain-marie bouillant.
Un bécher de 500 ml peut également être utilisé.



10. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

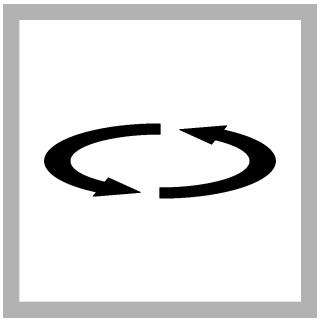


11. A la fin de la minuterie, refroidissez les solutions à 25 °C (jusqu'à ce que les cuves paraissent froides) dans un bain d'eau froide.

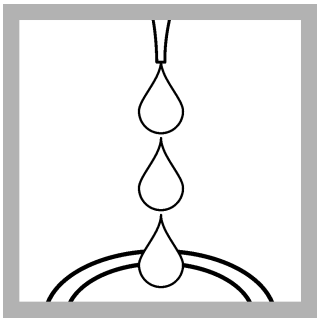


12. Ajoutez 0,5 ml de solution d'hydrochlorure d'hydroxylamine dans chaque cuve d'échantillon.

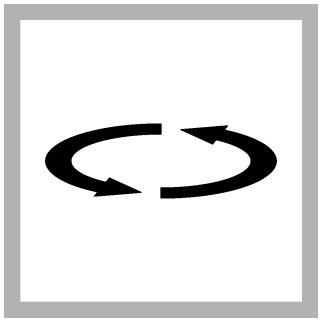
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



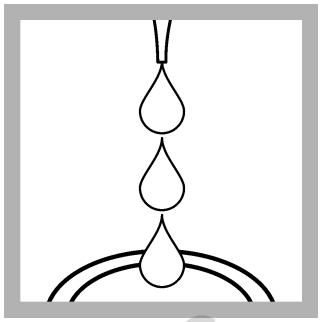
13. Faites tourner pour mélanger.



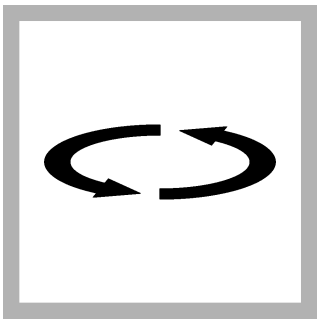
14. Ajoutez 2,0 ml de solution étalon d'hydroxyde de sodium 4,5 N dans chaque cuve.



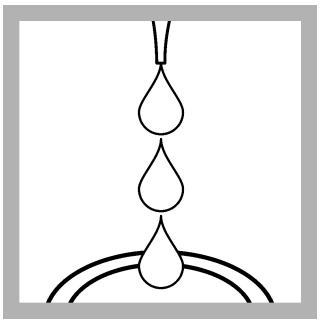
15. Faites tourner pour mélanger.



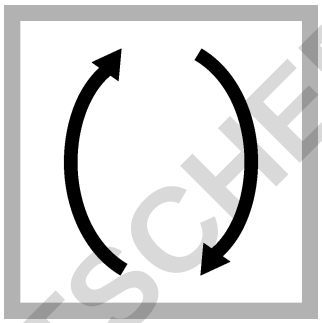
16. Ajoutez 10 ml de solution de chlorure ferrique-acide sulfurique dans chaque cuve d'échantillon.



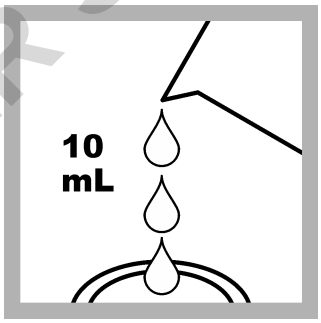
17. Faites tourner pour mélanger.



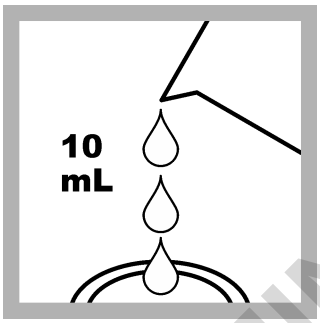
18. Ajoutez 10 ml d'eau désionisée dans chaque cuve d'échantillon.



19. Bouchez les deux cuves. Retournez les deux cuves pour en mélanger le contenu.



20. Transférez 10 ml de solution de blanc dans une cuve d'échantillon propre.

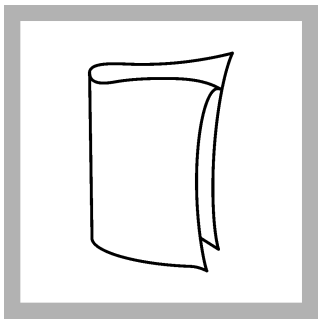


21. Transférez 10 ml d'échantillon préparé dans une cuve d'échantillon propre.

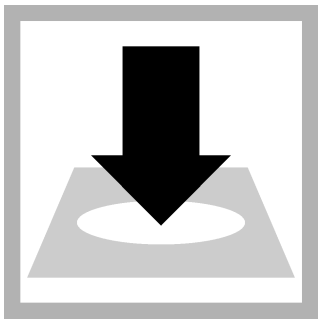


22. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence.

Réglez le zéro de l'instrument pendant cette période de réaction.

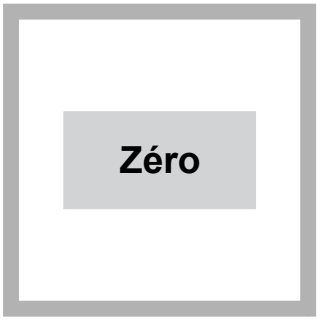


23. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.

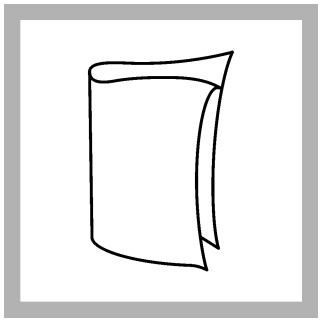


24. Insérez le blanc dans le porte-cuve.

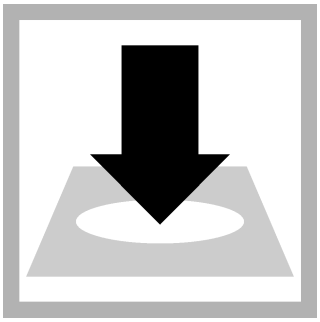
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



25. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0 mg/l HOAC.



26. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



27. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



28. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l HOAC.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon d'acide volatil, 62 500 mg/l en acide acétique
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 25 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.*

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon d'acide volatil, 62 500 mg/l en acide acétique
- Flacon jaugé de 500 ml, classe A
- Pipette jaugée de 4 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

1. Préparez une solution étalon de acides volatils à 500 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 4,00 ml d'acide acétique à une concentration de 62 500 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
770	1 350 mg/l, acide acétique (HOAC)	1 218-1 482 mg/l, acide acétique (HOAC)	27 mg/l, acide acétique (HOAC)

Résumé de la méthode

L'analyse des acides volatils est conçue spécifiquement pour déterminer les acides volatils dans les boues de minéralisateurs. Cette méthode repose sur l'estérification des acides carboxyliques présents dans l'échantillon et la détermination consécutive des esters par la réaction aux hydroxamates ferriques. Tous les acides volatils présents sont indiqués sous forme de concentration équivalente d'acide acétique, en mg/l. La longueur d'onde de mesure est de 495 nm pour les spectrophotomètres ou de 520 nm pour les colorimètres.

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eau désionisée	varie	4 l	27256
Kit de réactif pour acides volatils	1	90 analyses	2244700
Inclut :			
Ethylène glycol	3 ml	1 000 ml	203953
Solution chlorure ferrique-acide sulfurique	20 ml	1 000 ml	204253
Solution d'hydrochlorure d'hydroxylamine, 100 g/l	1 ml	100 ml	81842
Solution étalon d'hydroxyde de sodium, 4,5 N	4 ml	1 000 ml	204053
Solution étalon d'acide sulfurique, 19,2 N	0,4 ml	1 000 ml	203832

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Centrifugeuse, 115 V c.a., 6 x 15 ml	1	1	2676500
Tubes de centrifugation, 15 ml	2	Lot de 10	2278739

Accessoires nécessaires (suite)

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Bouchons de tubes de centrifugation	2	Lot de 20	2585220
Eprouvette graduée, 10 ml	1	1	50838
Papier-filtre, plié, 12,5 cm	1	Lot de 100	189457
Entonnoir, poly, 65 mm	1	1	108367
Plaque chauffante, 7 x 7 pouces, numérique, 120 V c.a.	1	1	2881500
Plaque chauffante, numérique, 7 pouces, 240 V c.a.	1	1	2881502
Pro-pipette	1	1	1465100
Pipette sérologique, 2 ml	1	1	53236
Pipette, jaugée, classe A, 0,5 ml	1	1	1451534
Pipette, jaugée, classe A, 10,00 ml	1	1	1451538
Porte-cuve	1	1	4788000
Capsule d'évaporation, 125 mm x 65 mm	1	1	2764700
Cuves d'échantillon, carrées, 10 ml, paire assortie	2	Lot de 2	2495402

Accessoires et étalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Solution étalon d'acides volatils, ampoule Voluette® de 10 ml, 62 500 mg/l en HOAC	Lot de 16	1427010
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml	1	189640
Bain-marie et portoir	1	195555
Pipette, TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	1	1970010
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 250	2199725
Embouts pour pipettes TenSette®, 1,0 à 10,0 ml	Lot de 50	2199796
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 1 000	2185628
Flacon jaugé en verre, classe A, 500 ml	1	1457449
Protections des doigts	Lot de 2	1464702

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 9

Zinc

DOC316.53.01145

USEPA[1] - Méthode Zincon[2]

Méthode 8009

0,01 à 3,00 mg/l Zn

Sachets de poudre

Cadre d'application: Pour l'eau et les eaux résiduaires. Vous devez procéder à la minéralisation pour les analyses de zinc total.

[1] Agréée par l'USEPA pour les analyses d'eaux résiduaires 3500 Zn B : Federal Register, 45(105) 36166 (29 mai 1980).
[2] Adaptée de la publication Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

Préparation du test

Informations propres à l'appareil

Le Tableau 1 affiche tous les appareils qui ont un programme pour cette analyse. Le tableau donne également les critères relatifs aux cuves d'échantillon et à l'orientation pour les analyses impliquant l'ajout de réactifs, tels que les analyses avec sachets de poudre ou avec réactifs en vrac.

Pour utiliser le tableau, sélectionnez un appareil, puis suivez l'axe horizontal pour identifier les informations qui s'appliquent à l'analyse en cours.

Tableau 1 Informations propres à l'appareil

Appareil	Orientation de la cuve d'échantillon	Cuve d'échantillon
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Le repère de remplissage est à droite.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Le repère de remplissage est vers l'utilisateur.	
DR 900	Le repère d'orientation est vers l'utilisateur.	2401906 

Avant de commencer

Placez le capuchon de l'appareil sur le porte-cuve du DR 900 avant d'appuyer sur le bouton ZERO (Zéro) ou READ (Mesure).
Nettoyez tout le matériel en verre avec de l'acide chlorhydrique 6,0 N (au 1/2), puis rincez soigneusement à l'eau désionisée pour supprimer tous contaminants.
Utilisez uniquement des éprouvettes de mélange avec bouchon en verre au cours de cette procédure.
Assurez-vous que le compte-gouttes utilisé dans cette procédure est en plastique. Les compte-gouttes avec des poires en caoutchouc peuvent contaminer le réactif.
Les réactifs intervenant dans cette analyse contiennent du cyanure de potassium. **Maintenez les solutions de cyanure à un pH > 11 pour éviter tout risque d'exposition au gaz de cyanure d'hydrogène.** Collectez les échantillons ayant réagi pour les mettre au rebut de façon conforme.
Consultez les fiches de données de sécurité (MSDS/SDS) pour connaître les produits chimiques utilisés. Utilisez l'équipement de protection individuelle recommandé.

N'utilisez pas la cuve à circulation ou le module par aspiration (pour les appareils concernés) pour cette analyse.
Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales. Reportez-vous aux fiches de données de sécurité pour obtenir des informations sur la mise au rebut des réactifs inutilisés. Adressez-vous au personnel chargé des questions de sécurité, de santé et d'environnement de votre site et/ou aux organismes de réglementation locaux pour de plus amples informations sur la mise au rebut.

Eléments à préparer

Description	Quantité
Cyclohexanone	0,5 ml
Sachet de poudre de réactif ZincoVer® 5, 20 ml	1
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml, bouchon en verre	1
Cuves d'échantillon (Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.)	2

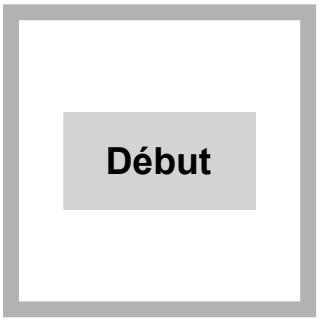
Reportez-vous à la section Consommables et éléments de rechange à la page 7 pour les informations de commande.

Prise et stockage d'échantillons

- Prélevez les échantillons dans des flacons en verre ou plastique propres qui ont été nettoyés avec de l'acide chlorhydrique 6 N (au 1/2) et rincés à l'eau désionisée.
- Afin de préserver les échantillons en vue d'une analyse ultérieure, ajustez le pH de l'échantillon à moins de 2 avec de acide nitrique concentré (environ 2 ml par litre). Aucun ajout d'acide n'est nécessaire si l'analyse de l'échantillon a lieu immédiatement.
- Conservez les échantillons à température ambiante pendant un maximum de 6 mois.
- Avant de procéder à l'analyse, ajustez le pH sur 4–5 avec une solution d'hydroxyde de sodium 5 N. Ne dépassez pas le pH 5, car le zinc pourrait former un précipité. N'ajoutez pas le réactif dans les échantillons qui ont un pH inférieur à 4, dans la mesure où le réactif contient du cyanure.
- Corrigez le résultat de l'analyse selon la dilution générée par les ajouts de volumes.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Procédure avec sachet de poudre

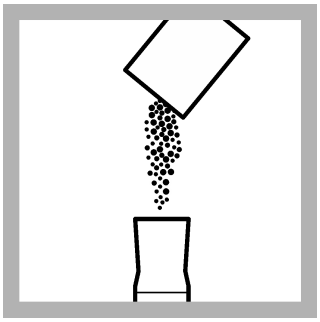


1. Lancez le programme **780 Zinc**. Pour plus d'informations sur les cuves d'échantillon, les adaptateurs ou les écrans protecteurs de la lumière, reportez-vous à la section Informations propres à l'appareil à la page 1.

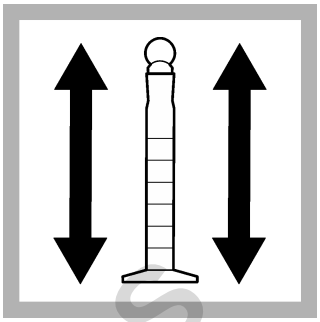
Remarque : *le nom de programme peut varier d'un appareil à l'autre, en revanche, son numéro ne change pas.*



2. Remplissez une éprouvette graduée de mélange de 25 ml avec 20 ml d'échantillon.

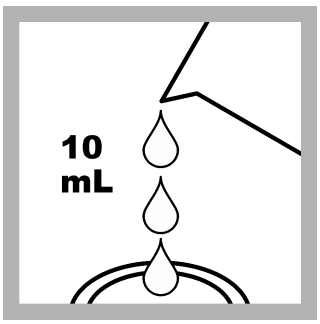


3. Ajoutez le contenu d'un sachet de poudre de réactif ZincoVer 5 dans l'éprouvette de mélange. Fermez l'éprouvette.



4. Agitez l'éprouvette vigoureusement pour dissoudre entièrement la poudre. Les mesures non reproductibles peuvent être dues à des particules qui ne sont pas dissoutes.

L'échantillon doit être orange. S'il est brun ou bleu, la concentration de zinc est trop forte ou un métal provoque une interférence. Diluez l'échantillon et recommencez l'analyse.



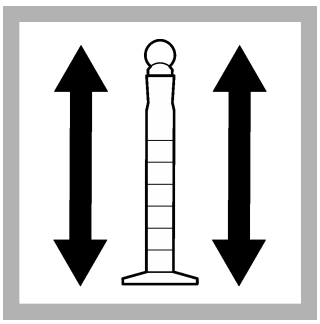
5. Préparation du blanc : versez 10 ml de solution dans une cuve d'échantillon.



6. Préparation de l'échantillon : utilisez un compte-gouttes en plastique pour ajouter 0,5 ml de cyclohexanone à la solution dans l'éprouvette de mélange.



7. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 30 secondes commence.

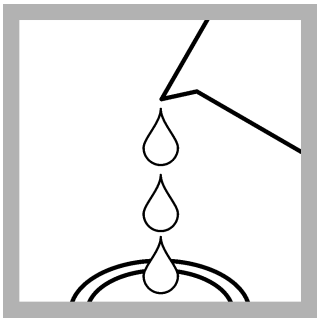


8. Pendant la période de réaction, fermez l'éprouvette de mélange et agitez vigoureusement l'échantillon préparé. L'échantillon devient rougeâtre-orange, brun ou bleu selon la concentration de zinc.

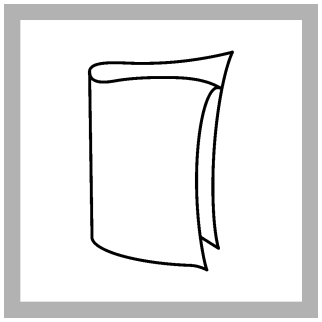
DOMINIQUE DUTSCHER SAS



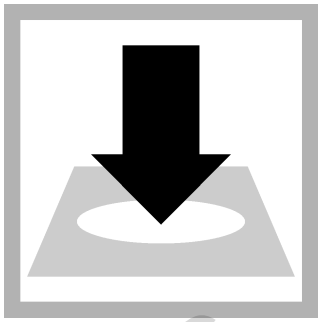
9. Déclenchez la minuterie de l'appareil. Le décompte d'un temps de réaction de 3 minutes commence. Effectuez l'étape suivante pendant la période de réaction.



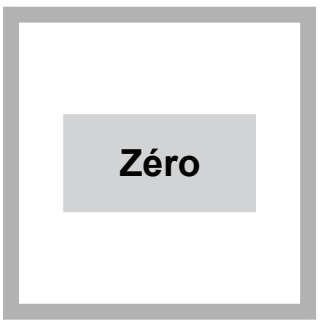
10. Versez la solution d'échantillon préparé de l'éprouvette de mélange dans une deuxième cuve d'échantillon.



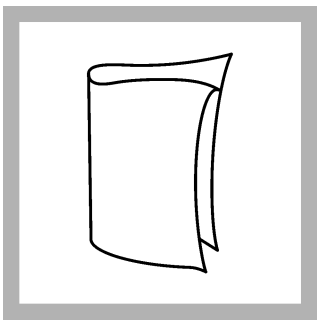
11. A la fin de la minuterie, nettoyez la cuve d'échantillon de blanc.



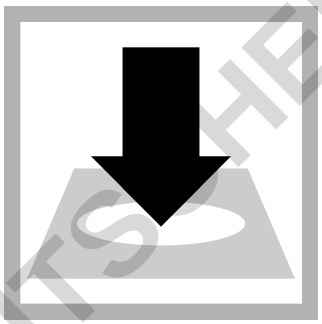
12. Insérez le blanc dans le porte-cuve.



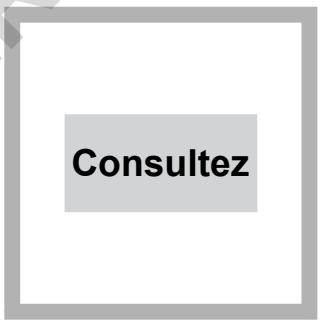
13. Appuyez sur **ZERO** (Zéro). L'affichage indique 0,00 mg/l Zn.



14. Nettoyez la cuve d'échantillon préparé.



15. Insérez l'échantillon préparé dans le porte-cuve.



16. Appuyez sur le bouton **READ** (Mesure). Résultats affichés en mg/l Zn.

Interférences

Substance interférente	Niveau d'interférence
Aluminium	Au-dessus de 6 mg/l
Cadmium	Au-dessus de 0,5 mg/l
Cuivre	Au-dessus de 5 mg/l
Fer (ferrique)	Au-dessus de 7 mg/l
Manganèse	Au-dessus de 5 mg/l
Nickel	Au-dessus de 5 mg/l
Matière organique	Les grandes quantités peuvent créer des interférences. Prétraitez l'échantillon par minéralisation.
Echantillons fortement tamponnés ou échantillons avec un pH extrême	Peut empêcher l'ajustement correct du pH de l'échantillon par les réactifs. Il peut alors être nécessaire de prétraiter l'échantillon. Ajustez le pH à 4–5.
Acide amino-triméthylène phosphonique (AMP)	Les échantillons contenant de l'AMP peuvent provoquer une interférence négative. Minéralisez l'échantillon pour supprimer cette interférence (réalisez la minéralisation avec une plaque chauffante pour le phosphore total, méthode 8190). ***Remarque :*** *réglez impérativement le pH de l'échantillon sur pH 4–5 après minéralisation avec de l'hydroxyde de sodium, avant l'analyse du zinc.*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Minéralisation

La détermination du zinc total implique la minéralisation de l'échantillon avec les méthodes thermique et acide, afin de s'assurer que toutes les formes de ce métal sont mesurées. Les étapes suivantes s'appliquent à une minéralisation douce.
Remarque : *la technique de minéralisation douce suivante est validée par l'USEPA. Référez-vous au Guide d'analyse de l'eau pour consulter les autres techniques de minéralisation.*

1. Ajoutez de l'acide nitrique concentré dans l'échantillon avec une pipette sérologique en verre et une pro-pipette :
   - Si l'échantillon a été acidifié pour des raisons de conservation, ajoutez 3 ml d'acide nitrique dans 1 litre d'échantillon préservé.
   - Si l'échantillon n'a pas été acidifié pour sa conservation, ajoutez 5 ml d'acide nitrique dans 1 litre d'échantillon.
2. Transférez 100 ml d'échantillon acidifié dans un Erlenmeyer de 250 ml.
3. Ajoutez 5 ml d'acide chlorhydrique au 1/2.
4. Placez l'échantillon sur une plaque chauffante à 95 °C (203 °F) jusqu'à ce qu'il ne reste plus que 15 à 20 ml d'échantillon. Assurez-vous que l'échantillon n'est jamais porté à ébullition.
5. Placez l'échantillon refroidi dans un filtre de 0,45 µm pour enlever toutes les particules insolubles.
6. Ajustez le pH de l'échantillon minéralisé sur pH 4–5 avec de l'hydroxyde de sodium 5,0 N. Ne dépassez pas le pH 5, car le zinc pourrait former un précipité.
7. Transférez quantitativement l'échantillon dans un flacon jaugé de 100 ml et diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée.

Vérification de l'exactitude

Méthode par addition d'étalon (ajout dans l'échantillon)

Appliquez la méthode par addition d'étalon (pour les appareils concernés) afin de valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil, et de déterminer si l'échantillon comporte une interférence.

Eléments à préparer :

- Ampoule Voluette® de solution étalon de zinc à 25 mg/l
- Briseur d'ampoule
- Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml et embouts
- Eprouvettes de mélange, 25 ml (3)

1. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de l'échantillon, puis conservez l'échantillon (non chargé) dans l'appareil.
2. Sélectionnez l'option Standard Additions (Ajouts d'étalon) dans le menu de l'appareil.
3. Sélectionnez les valeurs pour la concentration de l'étalon, le volume de l'échantillon et les volumes chargés.
4. Ouvrez la solution étalon.
5. Préparez trois échantillons chargés : utilisez une pipette TenSette pour ajouter 0,1, 0,2 et 0,3 ml de la solution étalon, respectivement, à trois nouveaux échantillons de 20 ml. Mélangez bien.
6. Appliquez la procédure d'analyse pour mesurer la concentration de chaque échantillon chargé. Commencez par le plus petit ajout. Mesurez chacun des échantillons chargés dans l'appareil.
7. Sélectionnez **Graph** (Graphique) pour comparer les résultats attendus aux résultats réels.

   Remarque : *si les résultats réels sont très différents des résultats attendus, assurez-vous que les volumes et les ajouts de l'échantillon ont été mesurés avec précision. Les volumes et les ajouts d'échantillon qui sont utilisés doivent correspondre aux sélections effectuées dans le*

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

menu d'ajout d'étalon. Si les résultats dépassent les limites acceptables, l'échantillon peut être soumis à une interférence.

Méthode par solution étalon

Appliquez la méthode par solution étalon pour valider la procédure d'analyse, les réactifs et l'appareil.

Eléments à préparer :

- Solution étalon de zinc à 100 mg/l
- Flacon jaugé de 1 l, classe A
- Pipette jaugée de 10 ml, classe A et pro-pipette
- Eau désionisée

1. Préparez une solution étalon de zinc à 1,00 mg/l de la façon suivante :
   a. Utilisez une pipette pour ajouter la solution mère de 10,00 ml de zinc à 100 mg/l dans le flacon jaugé.
   b. Diluez jusqu'au repère avec de l'eau désionisée. Mélangez bien. Préparez cette solution chaque jour.
2. Analysez la concentration de la solution étalon préparée comme décrit dans la procédure.
3. Comparez le résultat attendu au résultat réel.

   Remarque : *l'étalonnage d'usine peut être ajusté légèrement avec l'option d'ajustement de l', de sorte que l'appareil affiche la valeur attendue de la solution étalon. L'étalonnage ainsi ajusté est ensuite utilisé pour tous les résultats d'analyse. Cet ajustement peut augmenter la précision de l'analyse en cas de légères variations au niveau des réactifs ou des appareils.*

Performances de la méthode

Les données de performances de la méthode suivantes sont dérivées de tests en laboratoires menés sur un spectrophotomètre dans des conditions idéales de test. Les utilisateurs peuvent obtenir des résultats différents si les conditions d'analyse changent.

Programme	Etalon	Précision (intervalle de confiance de 95 %)	Sensibilité Changement de concentration par changement de 0,010 Abs
780	1,00 mg/l Zn	0,97–1,03 mg/l Zn	0,013 mg/l Zn

Résumé de la méthode

Le zinc et les autres métaux contenus dans l'échantillon forment un complexe avec le cyanure. L'ajout de cyclohexanone entraîne la libération sélective du zinc. Le zinc réagit avec le témoin 2-carboxy-2'-hydroxy-5'-sulfoformazyl benzène (zincon) pour former une espèce de couleur bleue. La couleur bleue est masquée par la couleur brune résultant de l'excès de solution témoin. L'intensité de la couleur bleue est proportionnelle à la quantité de zinc présente. La longueur d'onde de mesure est de 620 nm pour les spectrophotomètres ou de 610 nm pour les colorimètres.

Prévention de la pollution et gestion des déchets

Les échantillons ayant réagi contiennent du cyanure de potassium et doivent être traités comme un déchet dangereux. Mettez au rebut les solutions soumises à réaction conformément aux réglementations locales, régionales et fédérales.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Consommables et éléments de rechange

Réactifs nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Kit de réactif pour zinc, échantillon de 20 ml, inclut :	—	100 analyses	2429300
Cyclohexanone	0,5 ml	100 ml CGG	1403332
Sachet de poudre de réactif ZincoVer® 5, 20 ml	1	Lot de 100	2106669

Accessoires nécessaires

Description	Quantité/analyse	Unité	Réf.
Eprouvette de mélange graduée, 25 ml avec bouchon	1	1	2088640

Etalons recommandés

Description	Unité	Réf.
Eau désionisée	4 l	27256
Solution étalon de zinc, 100 mg/l	100 ml	237842
Solution étalon de zinc, ampoule Voluette® de 10 mg/l, 25 ml en Zn	Lot de 16	1424610
Solution étalon de zinc, 1 000 mg/l	100 ml	1417742

Réactifs et accessoires en option

Description	Unité	Réf.
Erlenmeyer, 250 ml	1	50546
Plaque chauffante, 4 pouces de diamètre, 120 V	1	1206701
Solution d'acide chlorhydrique, 6,0 N (au 1/2)	500 ml	88449
Acide nitrique concentré	500 ml	15249
Pipette, TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	1	1970001
Embouts pour pipettes TenSette®, 0,1 à 1,0 ml	Lot de 50	2185696
Briseur d'ampoule, ampoules Voluette® de 10 ml	1	2196800
Pipette, jaugée, classe A, 10 ml	1	1451538
Pro-pipette	1	1465100
Flacon jaugé en verre, classe A, 1 000 ml	1	1457453

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. Tous droits réservés.

01/2014, Edition 8

Explication des procédures chimiques

Aluminium

Méthode à l'aluminon

Pour l'eau

Introduction

L'aluminium est le métal le plus abondant sur terre. Il est présent dans les eaux naturelles et résulte du contact avec les rochers, le sol et l'argile. La coagulation d'alun dans les systèmes de clarification des eaux peut également contribuer à la concentration d'aluminium dans les eaux traitées. Néanmoins, seuls 20 à 50 µg/l d'aluminium demeurent dans le produit fini si l'opération est bien contrôlée.

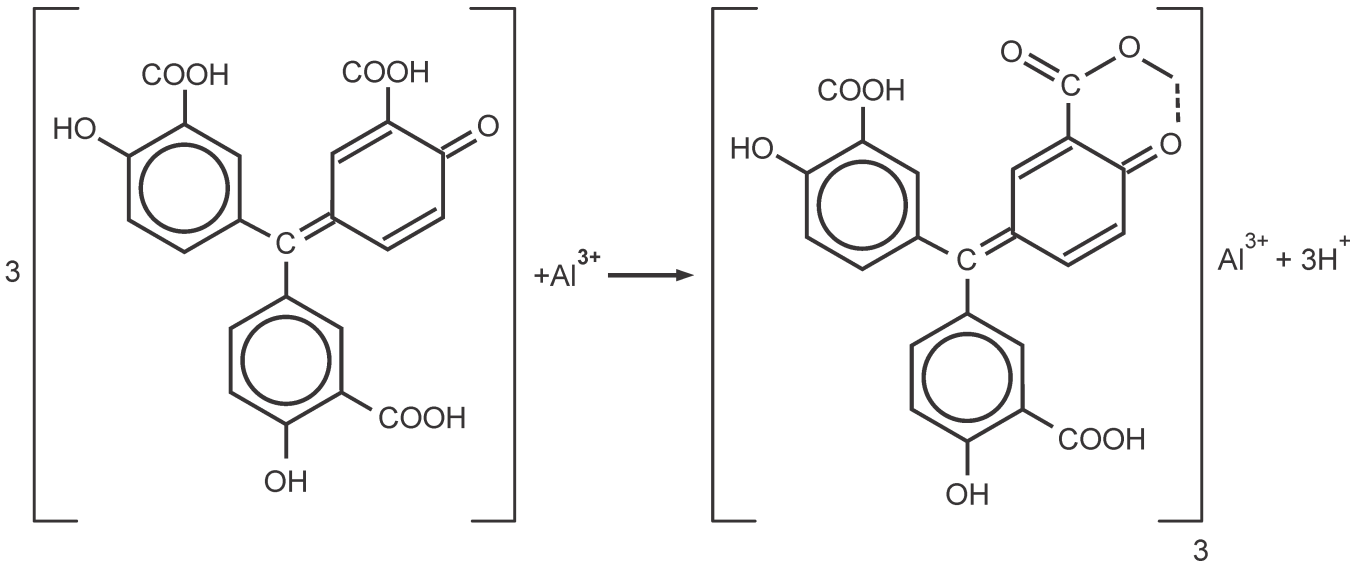
La méthode à l'aluminon est l'une des méthodes les plus anciennes et les mieux documentées pour déterminer la présence d'aluminium dans l'eau. Le réactif pour aluminium AluVer™ 3 utilisé dans le cadre de cette méthode se présente sous forme de sachet de poudre, ce qui assure une stabilité exceptionnelle.

Réactions chimiques

AluVer est un réactif aluminon associé à un tampon pH. AluVer 3 réagit avec l'aluminium présent dans un échantillon pour former une solution rougeâtre dont l'intensité est directement proportionnelle à la concentration d'aluminium.

L'acide ascorbique est ajouté avant l'addition d'AluVer 3 afin d'éliminer l'interférence imputable au fer. Pour créer un blanc de réactif, l'échantillon est divisé après l'addition d'AluVer 3. Le réactif 3 de décoloration est ensuite ajouté à l'une des moitiés de l'échantillon divisé afin de blanchir la couleur du complexe aluminon/aluminium.

Figure 1 Réaction chimique pour l'acide aurintricarboxylique



Baryum

Méthode turbidimétrique

Pour l'eau, les eaux résiduaires, l'eau des gisements pétrolifères et l'eau de mer

Introduction

Le baryum est relativement abondant dans la nature, mais il existe seulement à l'état de traces dans l'eau. Les concentrations de baryum sont en moyenne d'environ 0,05 mg/l pour l'eau potable, mais peuvent atteindre 0,9 mg/l dans certaines eaux naturelles. Une concentration supérieure à 1 mg/l de baryum signifie que l'eau n'est plus potable et est polluée par des déchets industriels. Le baryum et ses composés sont présents dans les pigments, les raticides et les feux d'artifice. D'autre part, ils interviennent dans la fabrication du caoutchouc, la radiologie aux rayons X, voire en tant qu'agents alourdissant pour le forage de puits de pétrole.

Réactions chimiques

Le baryum est révélé lors de l'ajout de sulfate dans l'échantillon d'eau. Il forme alors du sulfate de baryum qui donne un précipité. Ces particules sont maintenues en suspension sous forme de colloïdes par le réactif BariVer™ 4. La concentration de baryum est déterminée lorsque la turbidité résultante est mesurée avec un spectrophotomètre ou un colorimètre. La turbidité générée par la précipitation du sulfate de baryum est proportionnelle à la concentration de baryum. La procédure Hach utilise du sulfate de sodium, contenu dans la poudre de réactif BariVer 4, en tant que source de sulfate. La méthode BariVer 4 est particulièrement utile pour les solutions salines où le baryum et le sulfate coexistent en solution et où la précipitation ne peut pas être amorcée par la simple addition de sulfate.

$Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO_4$

Benzotriazole et tolyltriazole

Méthode par minéralisation par ultraviolet

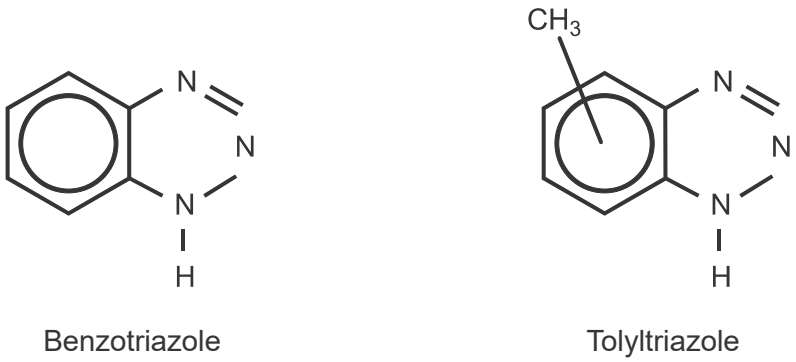
Pour l'eau

Introduction

Le benzotriazole et le tolyltriazole (BZT et TTA) sont très utilisés en tant qu'inhibiteurs de corrosion pour les alliages de cuivre. Dans les systèmes de refroidissement à recirculation d'eau, ouverts comme fermés, des concentrations de 2 à 10 mg/l assurent un contrôle efficace de la corrosion après la passivation initiale.

La méthode Hach de détermination de BZT et de TTA apporte des améliorations significatives par rapport aux méthodes analytiques traditionnelles. Les méthodes traditionnelles chronophages, telles que la spectroscopie à ultraviolet (UV), la chromatographie liquide et le titrage potentiométrique, nécessitent un équipement coûteux et du personnel hautement qualifié. La méthode Hach s'appuie sur un équipement simple et économique, et peut être exécutée en moins de 10 minutes sans perte d'exactitude ou de précision. La gamme d'analyse est de 0 à 15 mg/l à une longueur d'onde de 425 nm. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Structures chimiques

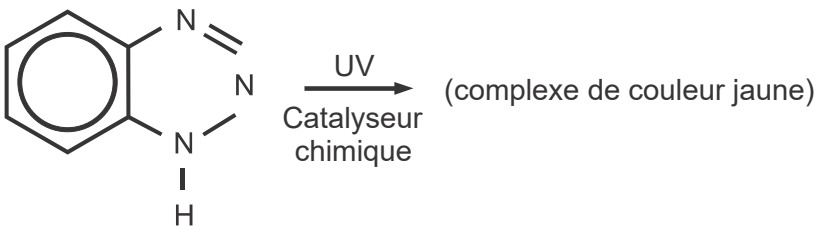


Benzotriazole Tolyltriazole

Réactions chimiques

Cette méthode d'analyse repose sur la photolyse UV du triazole en présence d'un catalyseur chimique pour former un dimère ou polymère du triazole. Une quantité stœchiométrique de composé soluble de couleur jaune se forme. L'étalonnage applique la loi de Beer à tous les niveaux de la gamme de concentrations de 0 à 15 mg/l, avec une limite de détection estimée d'environ 0,3 mg/l. Reportez-vous à la Figure 2.

Figure 2 Réaction chimique



Bore

Méthodes à l'azométhine-H et au carmin

Pour l'eau et les eaux résiduaires

Introduction

Généralement, le bore est présent dans les eaux naturelles à des concentrations inférieures à 1,0 mg/l. Ainsi, le bore des aquifères naturels peut indiquer une pollution provenant des eaux résiduaires domestiques, habituellement sous la forme de borates provenant de lessives. Dans l'eau destinée à la consommation humaine, les concentrations de bore sont normalement inférieures à 300 µg/l. Des quantités élevées de bore peuvent affecter le système nerveux central. D'autre part, si de l'eau contaminée est ingérée continuellement pendant une période prolongée, le bore peut provoquer un syndrome appelé « borisme ».

Dans l'industrie des semi-conducteurs, le bore a été utilisé comme témoin de l'épuisement de la résine échangeuse d'ions lors du traitement de l'eau de rinçage des pastilles. Le niveau de bore est régulièrement contrôlé dans les eaux d'irrigation, car de nombreuses plantes réagissent à des niveaux excessifs de cet élément.

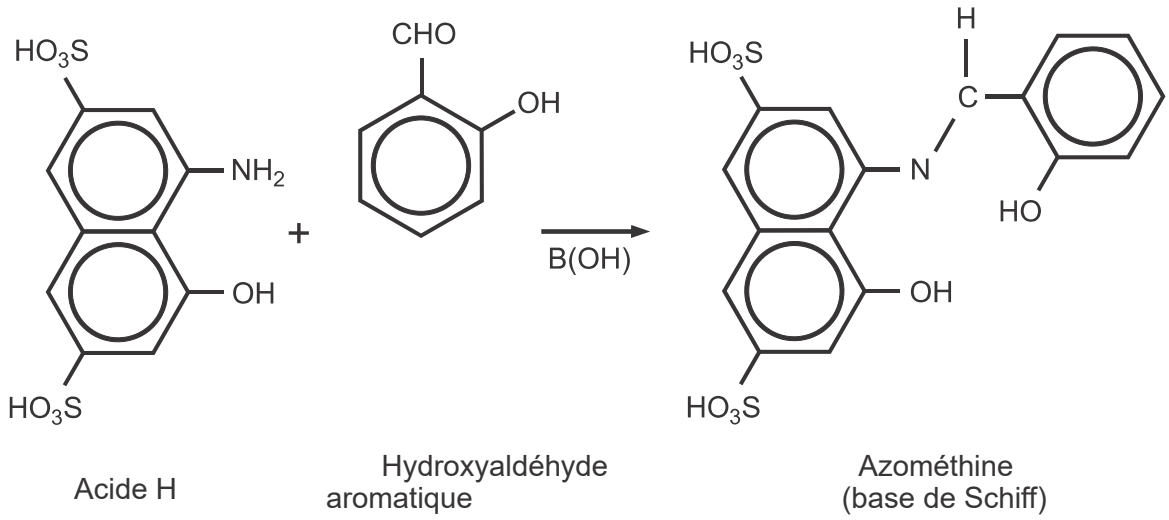
Les méthodes d'analyse colorimétriques pour le bore incluent les méthodes à la curcumine, au carmin et à l'azométhine-H.

Réactions chimiques

Méthode à l'azométhine-H

La méthode à l'azométhine-H implique le couplage d'acides H avec un hydroxyaldéhyde aromatique, tel qu'un salicylaldéhyde, en raison de l'effet catalytique du bore. Sous réserve de valeurs de pH neutres et d'une température contrôlée, la réaction de condensation se fait rapidement (en moins de 15 minutes). Après la formation de produit, la solution est ajustée à un pH acide pour une mesure optimale de la couleur à 410 nm (jaune) avec un colorimètre ou un spectrophotomètre. Cette méthode est sensible et très sélective pour la détermination de bore dissous dans l'eau. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réactions chimiques pour la méthode à l'azométhine-H

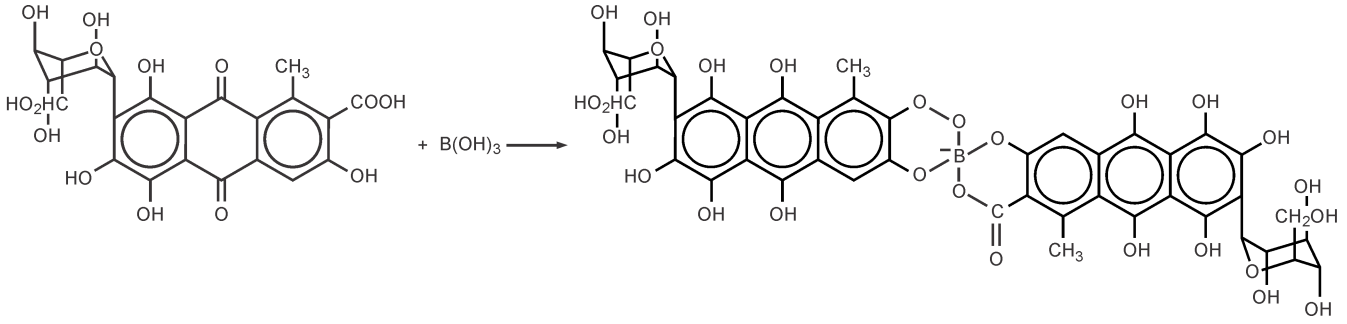


Méthode au carmin

En présence d'acide sulfurique concentré, le bore existe sous la forme du cation B^{3+}. Le cation forme un complexe avec le témoin de carmin, et la solution passe du rouge au bleu.

Le complexe de couleur bleue est lu à 605 nm avec un spectrophotomètre. La quantité de couleur est proportionnelle à la concentration de bore dissous. Reportez-vous à la section Figure 2.

Figure 2 Réactions chimiques pour la méthode au carmin



Chloramine (mono)

Méthode à l'indophénol

Pour l'eau et les eaux résiduaires

Introduction

La désinfection par chloramination consiste à former des chloramines inorganiques dans l'eau afin de réduire les concentrations microbiennes à des limites acceptables. Les chloramines, à savoir la monochloramine (NH_2Cl), la dichloramine ($NHCl_2$) et le trichlorure d'azote (NCl_3), se forment lorsque le chlore et l'ammoniaque sont mélangés dans l'eau. Traditionnellement, les eaux résiduaires traitées qui contiennent de l'ammoniaque, sont désinfectées par addition de chlore. Au cours des dernières années, de nombreuses installations d'eau potable sont passées à la chloramination pour désinfecter l'eau potable. Aux Etats-Unis, environ 20 % du total des installations d'eau potable utilisent désormais les chloramines en tant que désinfectant résiduel.

Pour la chloramination de l'eau potable, la monochloramine constitue le désinfectant privilégié. La formation de dichloramine et de trichlorure d'azote est évitée, car davantage de chlore est consommé et la présence de ces chloramines peut produire des odeurs et un goût désagréables.

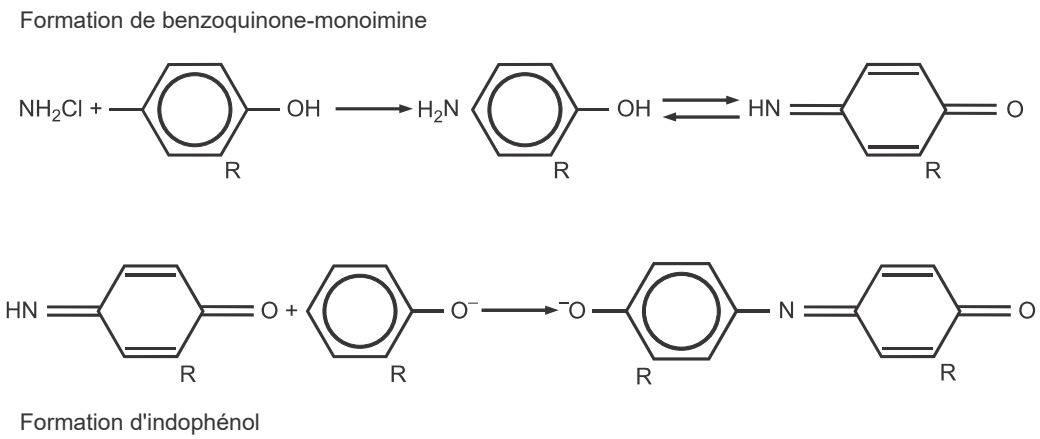
Dans les eaux résiduaires traitées, tous les composés d'azote organiques présents formeront des chloramines organiques pendant la chloration. Les chloramines organiques, en tant que classe, constituent des désinfectants bien plus faibles que les chloramines inorganiques. Les excès de chlore et un mélange inefficace peuvent déboucher sur une production supérieure de chloramines organiques, ce qui nuit à l'activité germicide générale.

Les chimistes de Hach ont développé une méthode pour la détermination spécifique de la monochloramine dans l'eau. Cette méthode repose sur les produits classiques à base d'indophénol pour déterminer l'ammoniaque. La composition chimique a été améliorée afin de renforcer la spécificité de la méthode pour la monochloramine inorganique en présence de chloramines organiques. En outre, la méthode a été modifiée de façon à accélérer considérablement le développement de la couleur et renforcer la précision de l'analyse. La nouvelle analyse s'est révélée être spécifique pour la monochloramine, sans interférence des aminés organiques ou inorganiques, des dichloramines, du chlore libre, des chloramines organiques, des nitrites ou du manganèse.

Réactions chimiques

La monochloramine réagit de façon spécifique avec un phénate substitué pour former un composé intermédiaire quinone-imine. En présence d'un composé cyanoferreux, le composé intermédiaire s'associe avec le phénate en excédent pour former un indophénol de couleur verte. La quantité d'indophénol formé est proportionnelle à la concentration de monochloramine dans l'échantillon. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réactions chimiques



R = groupe d'accélération de la réaction

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Chloramine (mono) ; azote, ammoniaque libre

Méthode à l'indophénol

Détermination de l'ammoniaque libre et de la monochloramine simultanément dans l'eau chloraminée finie.

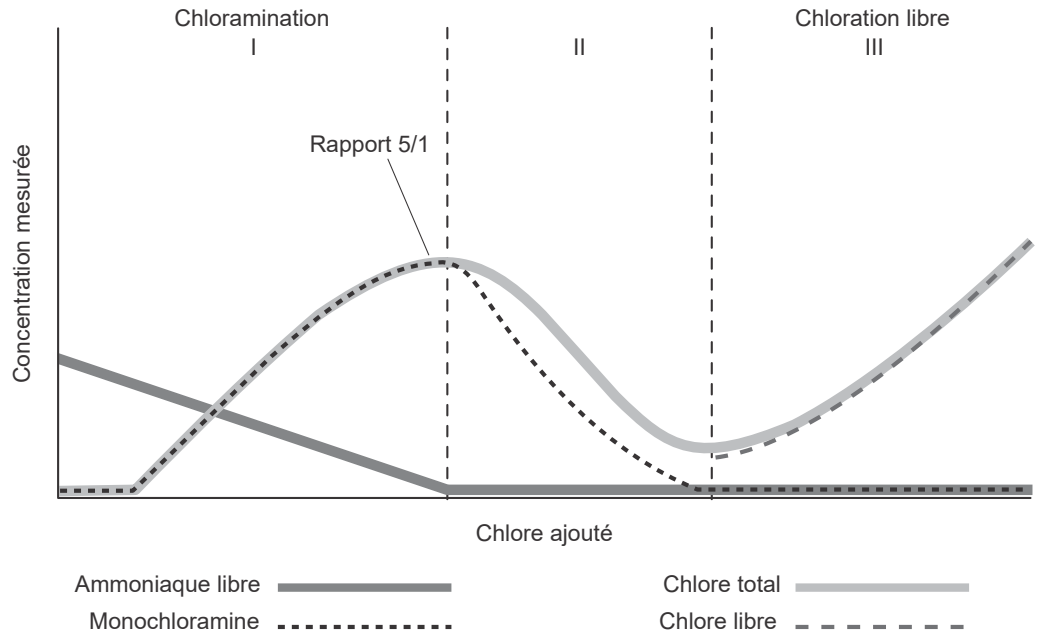
Introduction

La désinfection par chloramination consiste à former des chloramines inorganiques dans l'eau afin de réduire les concentrations microbiennes à des limites acceptables. La famille des chloramines, à savoir la monochloramine (NH_2Cl), la dichloramine ($NHCl_2$) et la trichloramine (NCl_3), se forme lorsque le chlore et l'ammoniaque sont mélangés dans l'eau. Au cours des dernières années, de nombreuses installations d'eau potable sont passées de la chloration libre à la chloramination pour la désinfection de l'eau potable. Les chloramines sont des oxydants plus faibles que le chlore libre et, par conséquent, limitent la formation de sous-produits nuisibles de désinfection.

La Figure 1 présente une courbe de chloramination type. Concernant la chloramination de l'eau potable, la monochloramine est le désinfectant privilégié (section I de la courbe). Ceci est optimisé par un rapport massique approximatif de 5 pour 1 de chlore pour l'ammoniaque. L'ajout excessif de chlore se traduit par une diminution du niveau de monochloramine et la formation de dichloramine et trichloramine, ce qui pose des problèmes de goût et d'odeur (section II). En cas d'addition insuffisante de chlore, une quantité excessive d'ammoniaque sans réaction ou « libre » subsiste dans l'eau et se transforme en source de nourriture, ce qui risque de déboucher sur la nitrification et des proliférations bactériennes dans le système de distribution. Au point de rupture, qui est matérialisé par la ligne verticale entre les sections II et III, aucune trace de monochloramine ne subsiste. Toute addition de chlore se fait ensuite sous forme de chlore libre.

Dans les eaux résiduaires traitées, tous les composés d'azote organiques présents formeront des chloramines organiques pendant la chloration. Les chloramines organiques, en tant que classe, constituent des désinfectants bien plus faibles que les chloramines inorganiques. Les excès de chlore et un mélange inefficace peuvent déboucher sur une production supérieure de chloramines organiques, ce qui nuit à l'activité germicide générale.

Figure 1 Courbe du point de rupture pour l'eau chloraminée

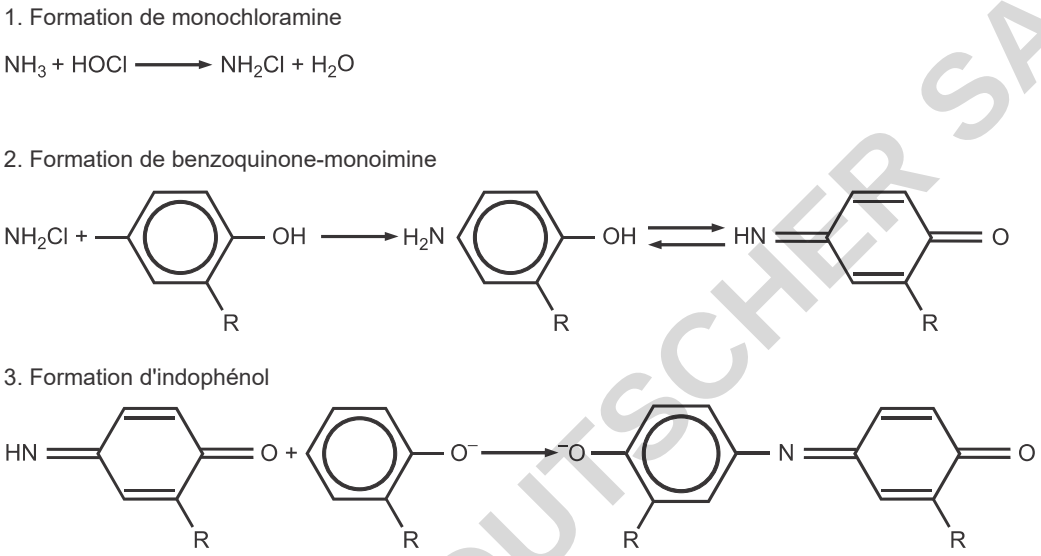


Réactions chimiques

Pour connaître le mécanisme de la méthode à l'indophénol, reportez-vous à la Figure 2.

L'hypochlorite ajouté se combine avec l'ammoniaque libre pour former de la monochloramine (1). En présence d'un catalyseur cyanoferreux, la monochloramine de l'échantillon réagit avec un phénol substitué pour former un composé mono-imine intermédiaire (2). Le composé intermédiaire s'associe à l'excès de phénol substitué pour former de l'indophénol de couleur verte, qui est proportionnel à la quantité de monochloramine présente dans l'échantillon (3). Pour identifier l'ammoniaque libre, comparez les intensités de couleur, avec et sans ajout d'hypochlorite.

Figure 2 Réactions chimiques pour la méthode à l'indophénol



DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Dioxyde de chlore

Méthodes DPD et au rouge de chlorophénol

Pour l'eau et les eaux résiduaires

Introduction

Le dioxyde de chlore est un gaz jaune foncé qui est généré directement pour l'exploitation sur site en tant qu'agent de blanchiment dans les processus industriels, tels que la fabrication de pâte à papier et de papier. Il est de plus en plus utilisé pour les traitements spéciaux dans les centres de traitement municipaux. En effet, contrairement au chlore, le dioxyde de chlore ne forme pas de trihalométhanes (THM) lors des interactions avec certains composés organiques. Les procédures Hach s'appuient sur deux méthodes colorimétriques pour le dioxyde de chlore à de faibles niveaux. Hach dispose également d'une méthode de gamme haute qui mesure directement la couleur jaune du gaz de dioxyde de chlore dissous dans l'échantillon d'eau.

La méthode DPD est une extension de la méthode au N,N-diéthyl-p-phénylénédiamine (DPD) pour la détermination du chlore libre ou total. La glycine sert à éliminer les interférences du chlore.

La méthode au rouge de chlorophénol réagit de façon spécifique avec le dioxyde de chlore.

Réactions chimiques

Méthode DPD

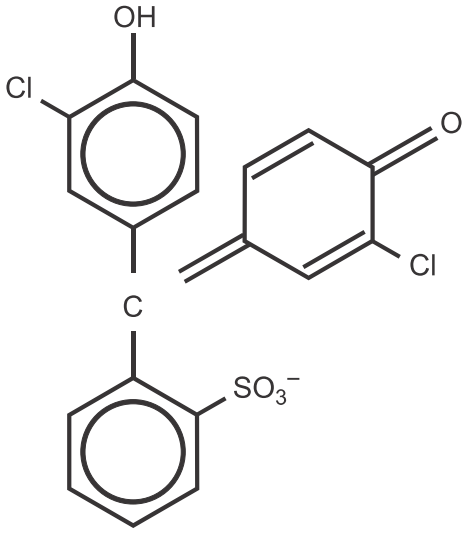
Le dioxyde de chlore réagit avec le réactif témoin du DPD (N,N-diéthyl-p-phénylénédiamine) (jusqu'à un cinquième de sa teneur en chlore disponible total correspond à la réduction du dioxyde de chlore en chlorite) pour former une coloration rose. L'intensité de la couleur est proportionnelle au ClO_2 présent dans l'échantillon. Pour éliminer l'interférence du chlore, ajoutez de la glycine qui convertit le chlore libre en acide chloroaminoascorbique, mais n'a aucun effet sur le dioxyde de chlore au pH d'analyse.

Méthode au rouge de chlorophénol

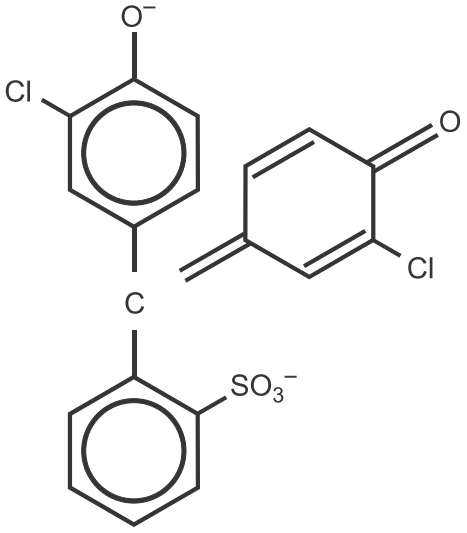
Le témoin de rouge de chlorophénol réagit de façon spécifique avec le dioxyde de chlore par un changement marqué de couleur. Aucune interférence n'est induite par d'autres oxydants modérés, dont l'hypochlorite, le chlorite, le chromate, le permanganate, le fer ferrique ou de faibles niveaux de chloramines. Une mole de rouge de chlorophénol réagit avec deux moles de dioxyde de chlore afin de former un produit incolore avec une réduction nette de l'absorbance qui passe à 570 nm. La décoloration du rouge de chlorophénol est linéaire à environ 0,6 mg/l, même si les concentrations d'environ 1,0 mg/l sont faciles à déterminer. La réaction du rouge de chlorophénol avec le ClO_2 est reproductible. Aucune équation n'est proposée pour cette réaction. Cependant, elle peut déboucher sur la formation d'un complexe à paire d'ions.

La réaction du rouge de chlorophénol avec le dioxyde de chlore est sensible au pH. Un pH de 7,0 est recommandé pour la méthode spectrophotométrique. Les chercheurs de Hach ont déterminé que le pH optimal pour cette réaction est de 5,2. Il a également été déterminé que la sensibilité est améliorée si la solution est tamponnée aux environs de pH 10 après la réaction initiale. Les réactifs nécessaires pour cette méthode sont fournis dans trois solutions pratiques. Le réactif 1 est un tampon qui ajuste l'échantillon à un pH optimal, à savoir 5,2. Le réactif 2 est une formulation spéciale du rouge de chlorophénol qui est ajoutée après l'ajustement du pH. Le réactif 3 est un tampon de pH 10 ajouté après le rouge de chlorophénol pour augmenter la sensibilité. Pour préparer les blancs destinés à homogénéiser le spectrophotomètre, un agent de déchloration est ajouté dans un échantillon de 50 ml, ce qui détruit jusqu'à 35 mg/l de ClO_2. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Structures du rouge de chlorophénol



Jaune (couleur acide)



Rouge (couleur de base)

Chlore, libre et total

Méthode DPD

Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer

Introduction

Le chlore est le désinfectant le plus utilisé pour le traitement de l'eau et des eaux résiduaires. Il était utilisé initialement pour les applications industrielles et contrôler l'odeur des eaux résiduaires au début du XIXe siècle. Un demi-siècle plus tard, son usage était étendu à la désinfection des systèmes de distribution d'eau. Les applications industrielles du chlore incluent le blanchiment du papier et le contrôle des organismes nuisibles dans les tours de refroidissement.

Le mélange du chlore et de l'eau entraîne la formation d'acides hypochloreux et chlorhydriques. Le désinfectant et la forme provoquant l'action de blanchiment est l'acide hypochloreux.

$Cl_2 + H_2O \rightarrow HCl + HOCl$ (acide hypochloreux)

Selon différentes variables telles que le pH, la température et la quantité d'azote organique ou ammoniacal, la présence de chlore dans l'eau peut générer des ions hypochlorites (OCl^-) et des chloramines. Le chlore présent dans l'eau sous forme d'acide hypochloreux ou d'ion hypochlorite est appelé chlore libre disponible. Les chloramines, qui incluent la monochloramine (NH_2Cl), la dichloramine ($NHCl_2$) et le trichlorure d'azote (NCl_3), sont appelées « chlore combiné disponible ». Le chlore total correspond quant à lui à la somme des formes disponibles, libres et combinées.

Les méthodes de recherche de chlore libre, combiné et total incluent le titrage ampérométrique, la colorimétrie au DPD, la titrimétrie au DPD et le titrage iodimétrique. La méthode la plus utilisée, la colorimétrie au DPD, est facile à réaliser, nécessite peu d'appareils, est économique et convient aux analyses de terrain. Le DPD (N,N-diéthyl-p-phénylénédiamine) est oxydé par le chlore, ce qui donne une couleur magenta tirant sur le rouge. L'intensité de la couleur est directement proportionnelle à la concentration de chlore. Le DPD réagit de façon quasiment identique avec les autres oxydants, dont le brome, le dioxyde de chlore, le peroxyde d'hydrogène, l'iode, l'ozone et le permanganate.

Réactions chimiques

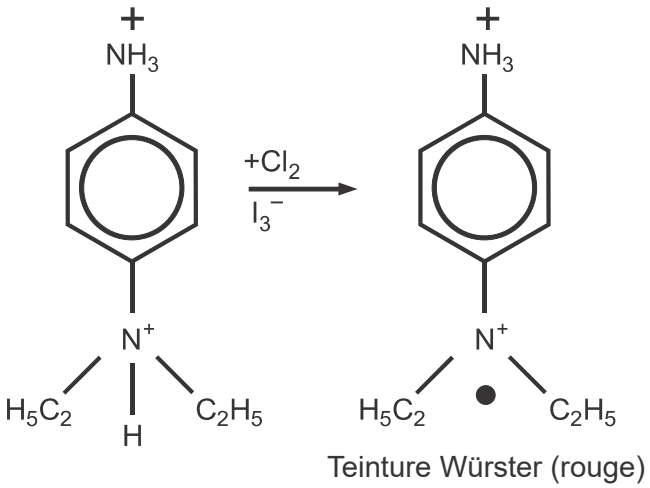
Chlore libre disponible

L'acide hypochloreux et les ions hypochlorites oxydent le DPD et donnent une couleur magenta. Cette réaction dépend du pH. Le DPD et le tampon approprié sont réunis dans un sachet de poudre de réactif DPD pour chlore libre afin de gérer des niveaux élevés de dureté sans précipitation.

Chlore total

De l'iodure de potassium est ajouté à la réaction pour déterminer les formes de chlore combinées et le chlore total. Les chloramines oxydent l'iodure, ce qui la transforme en iode. Ensuite, l'iode libéré réagit avec le DPD pour donner la couleur magenta. Les sachets de poudre de réactif DPD pour chlore total de Hach contiennent du DPD, de l'iodure de potassium et un tampon. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réactions chimiques du DPD



Chrome

Méthodes pour le chrome total et hexavalent

Pour l'eau et les eaux résiduaires

Introduction

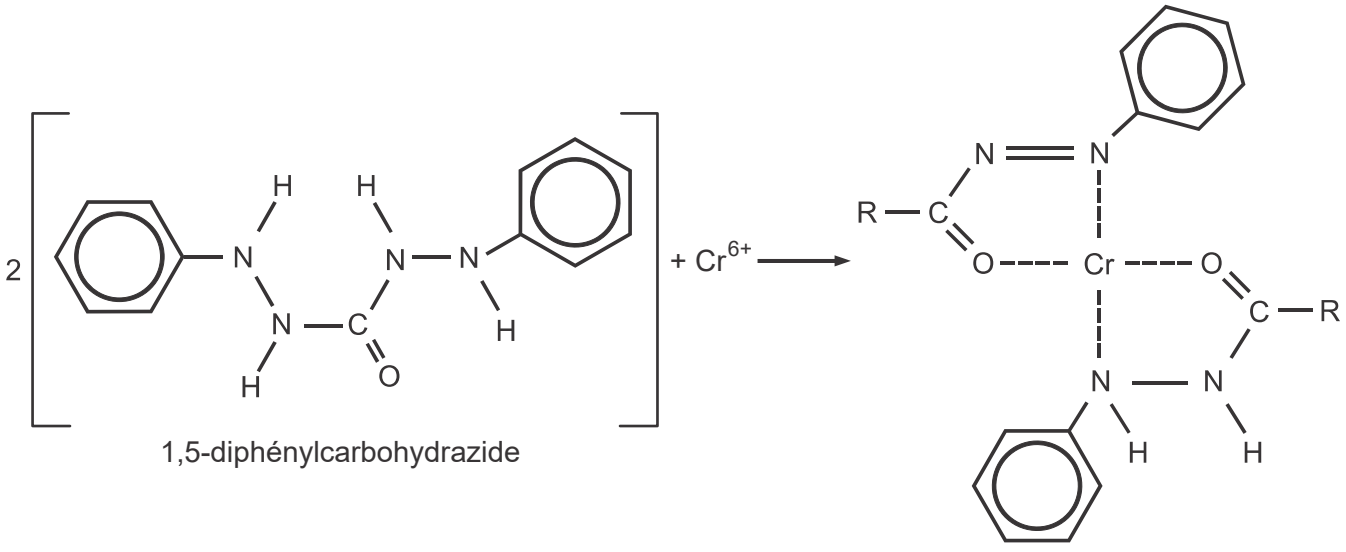
Le chrome peut être présent dans l'eau sous la forme hexavalente (chromate) ou trivalente, même si le chrome trivalent est rarement présent dans l'eau potable. Le chrome hexavalent est introduit dans le système de distribution d'eau par les déchets industriels provenant des bains de placage des métaux et des tours de refroidissement industrielles où le chromate sert à inhiber la corrosion des métaux. Le chrome est un contaminant à proscrire des réseaux d'eau potable publics en raison de ses risques d'effets cancérigènes. La concentration de chrome dans l'eau potable au-dessus d'un seuil de 3 µg/l laisse supposer la présence de déchets industriels. Les concentrations supérieures à 50 µg/l sont suffisantes pour invalider le système d'alimentation en eau.

Réactions chimiques

Chrome hexavalent

Le chrome hexavalent est révélé avec la méthode au 1,5-diphénylcarbohydrazide qui repose sur une simple formulation en poudre sèche, le réactif pour chrome ChromaVer™ 3. Ce réactif contient un tampon acide combiné avec du 1,5-diphénylcarbohydrazide qui réagit pour donner une couleur violette en présence de chrome hexavalent. Cette méthode s'applique aussi bien aux échantillons d'eau ordinaire que d'eaux résiduaires. Le développement de la couleur est directement proportionnel à la quantité de chrome hexavalent présent. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réaction chimique du chrome hexavalent



Chrome total

Lors de l'analyse du chrome total, l'échantillon est chauffé jusqu'à ébullition avec de fortes conditions alcalines en présence d'hypobromite. Le chrome trivalent est converti en chrome hexavalent. Les conditions chimiques nécessaires à cette oxydation sont assurées par la poudre de réactif 1 pour chrome.

Une fois l'oxydation terminée, l'hypobromite en excès est supprimé par l'addition de poudre de réactif 2 pour chrome. Ensuite, le réactif pour chrome ChromaVer 3, contenant un tampon acide associé à la méthode au 1,5-diphénylcarbohydrazide, est ajouté. L'intensité de la couleur violette qui se développe est directement proportionnelle à la concentration de chrome total. Pour déterminer le chrome trivalent, soustrayez les résultats de l'analyse du chrome hexavalent des résultats obtenus lors de l'analyse du chrome total.

$2Cr^{3+} + 3\ OBr^{-} + 10\ OH^{-} \rightarrow 2CrO_4^{2-} + 3Br^{-} + 5H_20$

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Cobalt

Méthode au 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN)

Pour l'eau

Introduction

Le cobalt est précieux en raison de sa capacité à renforcer les alliages et les rendre plus résistants à la corrosion. Il est associé aux minerais de nickel, d'argent, de plomb, de cuivre et de fer, dont il constitue généralement un produit dérivé. Le cobalt est souvent présent dans les eaux résiduaires industrielles du fait de la corrosion des alliages de fer, nickel et cobalt, mais il est rarement présent dans les eaux naturelles.

La toxicité du cobalt pour la vie aquatique varie et dépend du pH, des espèces ou organismes, et des effets synergétiques. Il est considéré comme relativement non toxique pour la santé humaine. Historiquement, les méthodes de détection de faibles niveaux de cobalt se limitent à des techniques onéreuses et chronophages, le plus souvent par absorption atomique. Par comparaison, le cobalt peut être mesuré quantitativement avec une technique colorimétrique simple reposant sur un spectrophotomètre. L'exactitude et la précision de cette procédure sont très proches de celles des mesures par absorption atomique. La méthode au 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN) est très sensible et permet de trouver du cobalt à des concentrations aussi faibles que 0,1 mg/l. Cette méthode unique est relativement libre de toute interférence et assure la détermination simultanée du nickel et du cobalt à partir de la même portion d'échantillon, sans traitements spéciaux.

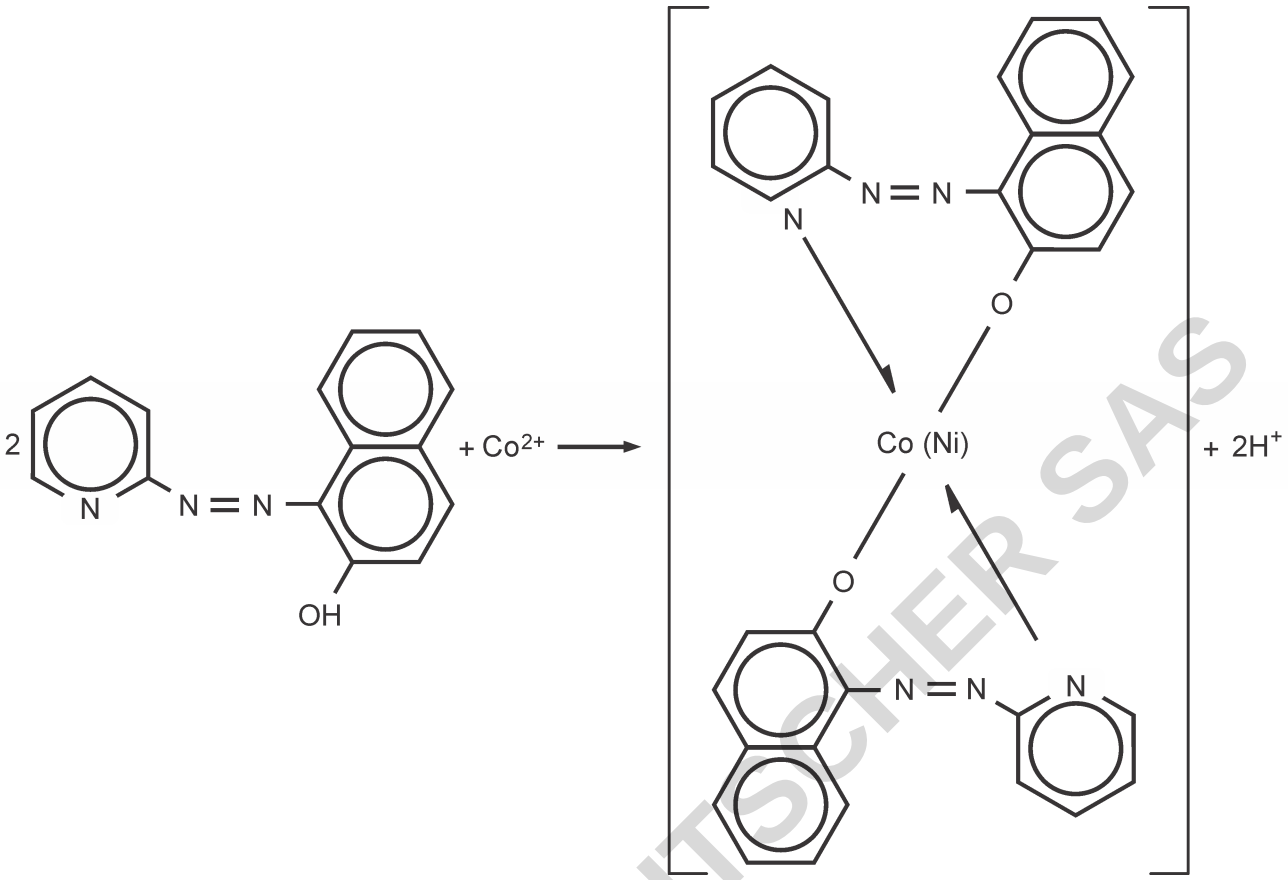
Réactions chimiques

Le PAN est maintenu en suspension dans l'eau par des surfactants, ce qui lui permet de former des complexes avec les métaux de l'échantillon. Vous pouvez utiliser un agent complexant pour décomposer tous les chélates de PAN, à l'exception de ceux du cobalt, du nickel et du fer. Un ajustement de pH reposant sur le réactif phthalate-phosphate contribue au masquage du fer jusqu'à 10 mg/l et améliore également le taux de développement du cobalt coloré et des complexes Ni-PAN. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Formation de complexes Co-PAN ou Ni-PAN

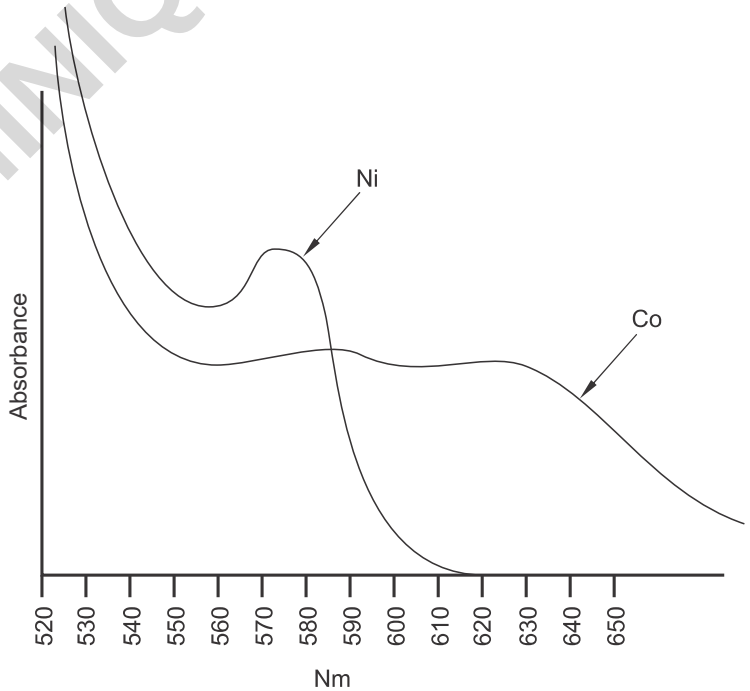
*

* Cheng, K. L., et Bray, R. H., Journal of Analytical Chemistry, 27, 1955, page 783.



L'absorbance du complexe Co-PAN à 560 nm est identique à celle de 620 nm. Cependant, l'absorbance due au complexe Ni-PAN est nulle à 620 nm. Cette différence en longueurs d'onde d'absorbance permet d'identifier le cobalt sans interférence du nickel à une longueur d'onde de 620 nm. Il est ainsi possible de calculer le nickel à partir du même échantillon. Mesurez l'absorbance à 560 nm et soustrayez l'absorbance à 620 nm. Reportez-vous à la section Figure 2.

Figure 2 Analyse type d'absorbance pour le cobalt et le nickel



DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Cuivre

Méthodes au bicinchoninate, à la porphyrine et à la bathocuproïne

Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer

Introduction

Le cuivre ne constitue qu'environ 0,007 % de la croûte terrestre, mais il s'agit néanmoins d'un élément capital. Le cuivre existe à la fois sous les formes libres et combinées partout dans la nature, dans de nombreux minéraux. Le cuivre peut figurer dans les aquifères naturels, les eaux résiduaires et les écoulements de déchets industriels sous forme de sels de cuivre solubles ou en tant que composés de cuivre précipités sur des particules en suspension. Les formes de cuivre dans l'eau peuvent être classées comme insolubles, dissoutes (libres et complexées) et totales récupérables. Le cuivre insoluble inclut des précipités tels que les sulfures et les hydroxydes de cuivre. Tout le cuivre en solution est connu en tant que cuivre dissous et inclut les ions Cu^{1+} (cuivreux) et Cu^{2+} (cupriques), ainsi que les chélates de cuivre, tels que CuEDTA.

Les concentrations de cuivre dans l'eau potable sont généralement très basses. Le cuivre n'est pas considéré comme dangereux pour la santé humaine, même si une concentration supérieure à 1 mg/l peut donner un goût amer à l'eau et l'ingestion de fortes doses peut provoquer des vomissements et risque à terme de provoquer des lésions au foie. Les sels de cuivre, tels que le sulfate de cuivre ($CuSO_4$), permettent de contrôler les algues. Cependant, ils peuvent également être toxiques pour les poissons et la faune sauvage. Les procédures d'analyse simplifiées de Hach pour le cuivre utilisent différents réactifs pour obtenir la gamme de détection nécessaire et la forme de cuivre à mesurer. Les procédures Hach s'appuient principalement sur les méthodes au bicinchoninate et à la porphyrine.

Le Tableau 1 indique les réactifs propriétaires et leurs applications.

Tableau 1 Réactifs pour cuivre et applications

Réactif	Forme mesurée		Application
	Sans prétraitement	Avec minéralisation	
CuVer™ 1[1]	Libre	Total récupérable	eau et eaux résiduaires
CuVer™ 2	Cuivre total dissous	Total récupérable	
Réactif pour cuivre libre	Libre	Total récupérable	eau dure, eaux résiduaires et eau de mer
Réactifs porphyrine	Libre	Total récupérable	niveaux très faibles dans l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer

[1] CuVer est une marque commerciale de Hach Company.

Réactions chimiques

Méthode au bicinchoninate

Vous pouvez déterminer le cuivre en le faisant réagir avec de l'acide 2, 2'-biquinoline-4,4'-dicarboxylique (acide bicinchoninique). La réaction du bicinchoninate avec le Cu^{1+} donne un complexe de couleur violette.

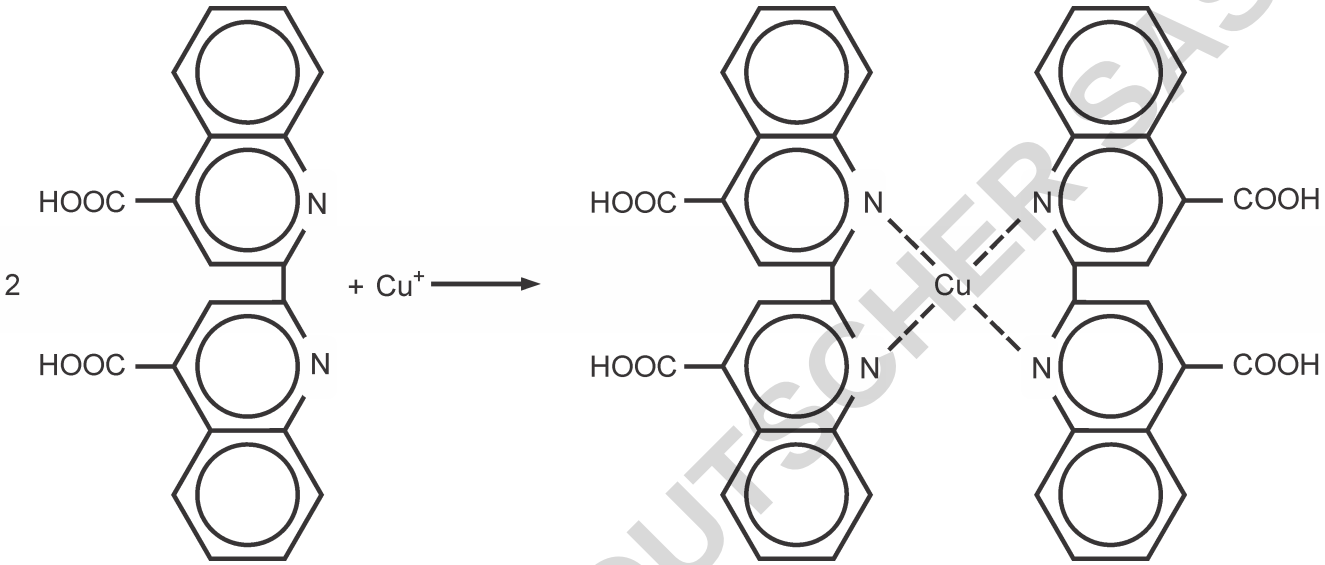
Le bicinchoninate ne réagit pas facilement avec le Cu^{2+}. La détermination de Cu^{2+} commence lorsqu'il est réduit en Cu^{1+}. Le réactif CuVer 1 combine le réactif bicinchoninate avec un tampon et un agent de réduction, ce qui permet la détermination de Cu^{1+} et Cu^{2+}. La valeur totale de cuivre pouvant être repris peut être déterminée avec cette méthode si l'échantillon est minéralisé en premier afin de convertir l'ensemble du cuivre présent (ce qui inclut les formes insolubles et complexées) en cuivre libre.

Les formes de cuivre complexé, telles que CuEDTA, réagissent directement avec le réactif CuVer™ 2. La minéralisation n'est pas nécessaire et les niveaux élevés de dureté

n'interfèrent pas. Les résultats sont exprimés en termes de cuivre total dissous (libre et complexé). Lorsque du CuVer 1 est utilisé, la minéralisation est indispensable et les niveaux élevés de dureté créent une interférence. Reportez-vous à la section Figure 1.

Utilisez des sachets de poudre de réactif pour cuivre libre afin d'identifier le cuivre libre indépendamment des formes complexées du cuivre. Les sachets de poudre contiennent du bicinchoninate, un agent réducteur et inhibiteur qui empêche l'interférence du calcium et du magnésium. Les résultats sont exprimés en termes de cuivre libre. Pour mesurer le cuivre complexé, ajoutez le réactif hydrosulfite, recommencez l'analyse et soustrayez les résultats des deux analyses.

Figure 1 Réaction du Cu^{1+} et de l'acide bicinchoninique



Méthode à la porphyrine

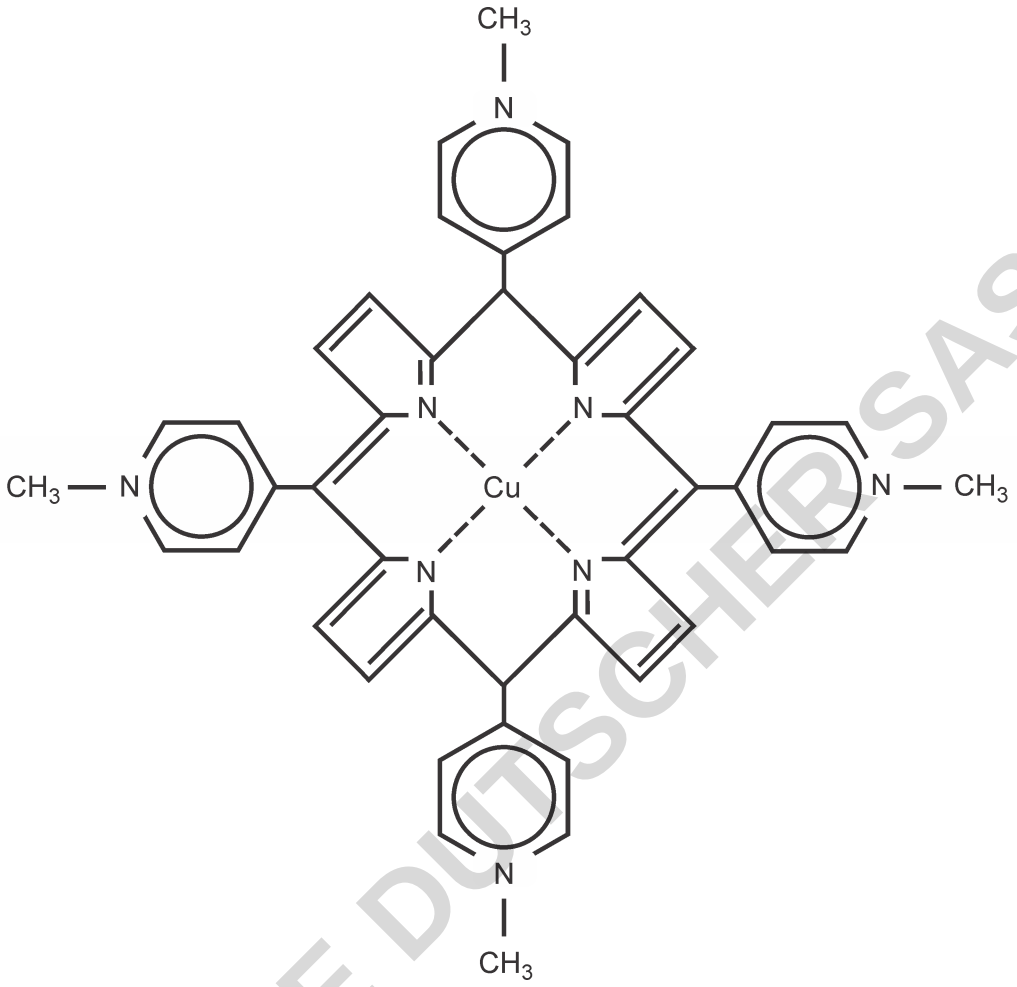
L'analyse du cuivre à la porphyrine est très sensible. Utilisez cette méthode pour rechercher le cuivre libre (Cu^{1+} et Cu^{2+}) et le cuivre total pouvant être repris (par minéralisation) dans la gamme de 0 à 150 µg/l.

En raison de la sensibilité de cette méthode, il est difficile d'obtenir une eau de qualité suffisante pour établir une valeur de blanc. La méthode à la porphyrine s'appuie sur un échantillon divisé. Une moitié de l'échantillon est traitée avec un agent masquant pour complexer les formes de cuivre libre. Ensuite, un réactif porphyrine, un tampon et un agent réducteur sont ajoutés. Ceci forme un « blanc zéro » sans eau spéciale exempte de cuivre. Le réactif porphyrine est ajouté dans la deuxième moitié de l'échantillon divisé, où il réagit avec le cuivre libre.

L'interférence imputable à la réaction de la porphyrine avec d'autres métaux est minimisée lorsqu'un échantillon divisé est utilisé, car les interférences sont compensées par le blanc. La porphyrine réagit lentement avec le Cu^{2+}, mais une formulation spéciale de porphyrine et l'addition d'un tampon permettent d'obtenir une réaction complète avec le cuivre libre en quelques secondes. Un agent réducteur est également ajouté pour détruire la porphyrine qui n'a pas réagi (et qui causerait une interférence). Une absorbance intense à 425 nm rend cette méthode très sensible lorsqu'un colorimètre ou un spectrophotomètre est utilisé. Cependant, aucun développement visuel important de couleur ne se produit.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Figure 2 Structure finale de la méthode à la porphyrine



DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Cyanure

Méthode à la pyridine-pyrazolone

Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer

Introduction

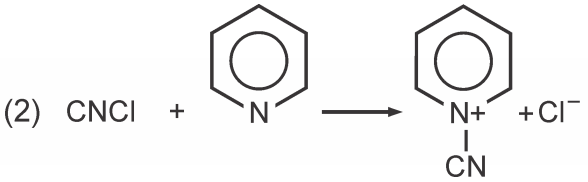
Le cyanure est extrêmement toxique et se trouve principalement dans les effluents industriels. Les bains de nettoyage des métaux et de galvanoplastie, les installations de dépollution des fumées, les usines à gaz, les fours à coke et autres traitements chimiques constituent les principales sources de cyanure dans les déchets industriels. Les aquifères naturels ne contiennent pas de cyanure. Sa présence est généralement révélatrice d'une contamination par une source industrielle. La chloration neutre ou alcaline des eaux résiduaires contenant du cyanure permet de faire passer les niveaux de cyanure largement en dessous des niveaux toxiques.

Réactions chimiques

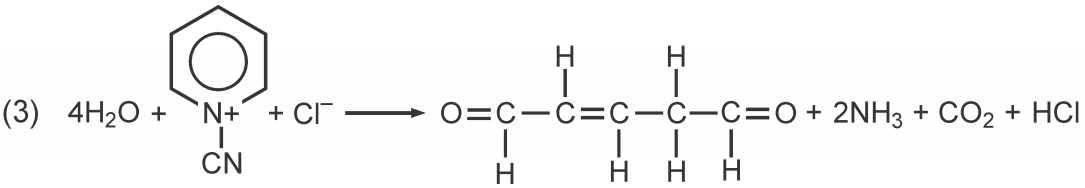
L'analyse du cyanure se décompose en 4 étapes :

(1) $2CN^- + Cl_2 \longrightarrow 2CNCl$

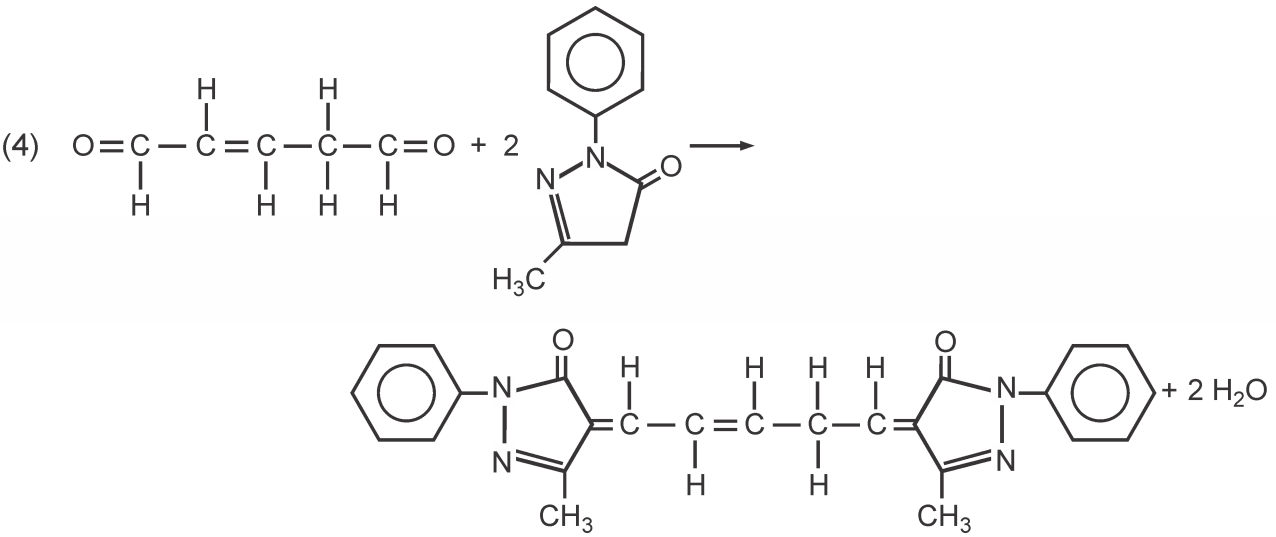
Le cyanure réagit avec le chlore pour produire du chlorure de cyanogène (CNCl) ; le chlore provient du réactif CyaniVer™ 3.

(2) 

Un nitrile intermédiaire se forme après l'addition de pyridine. La pyridine provient du réactif CyaniVer 4. Le chlore en excès est détruit à ce stade.

(3) 

Le nitrile est hydrolysé en glutaconaldéhyde. Le réactif provient du CyaniVer 4, qui est utilisé à l'étape précédente.

(4) 

Enfin, le réactif CyaniVer 5, qui contient un excès de pyrazolone, est ajouté. La réaction avec le glutaconaldéhyde donne une couleur bleue. L'intensité de la couleur est directement proportionnelle à la quantité de cyanure présent dans l'échantillon.

Fluor

Méthodes SPADNS, SPADNS 2 et avec électrode sélective d'ions

Pour l'eau et l'eau de mer

Introduction

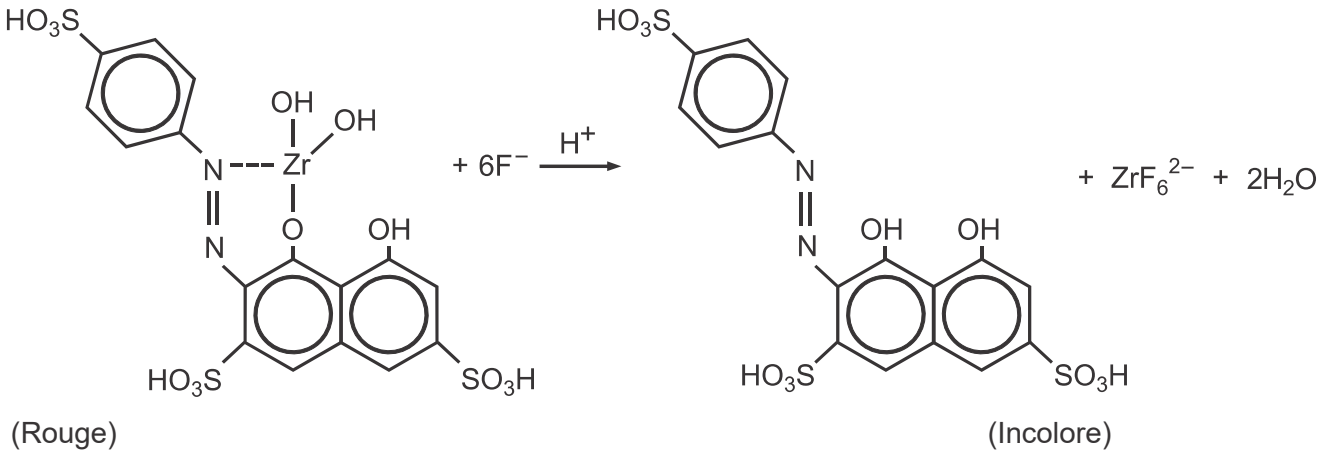
Le fluorure existe à l'état naturel dans certaines eaux souterraines. D'autre part, un niveau de 1 mg/l de fluorure est normalement maintenu dans les réserves d'eau potable publiques pour la prévention des caries dentaires. Une quantité excessive de fluorure entraîne une décoloration peu esthétique de l'émail dentaire appelée « fluorose ». Par conséquent, l'USEPA a fixé un seuil pour l'eau potable conformément à la loi américaine sur l'eau potable, le « Safe Drinking Water Act ».

Réactions chimiques

Méthode SPADNS

L'analyse du fluorure implique la réaction du fluorure avec un complexe de zirconium donnant une teinture rouge sombre. Le fluorure se combine en partie avec le zirconium pour former un complexe fluorure-zirconium ayant comme effet net de blanchir la couleur. La mesure de la réduction d'intensité de la couleur permet de déterminer avec exactitude la concentration de fluorure. La méthode SPADNS constitue la méthode colorimétrique à privilégier en raison de sa réaction rapide avec le fluorure et de la stabilité du réactif SPADNS. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réaction chimique pour la méthode SPADNS



Méthode SPADNS 2

L'arsénite de sodium intervient dans la méthode SPADNS en tant qu'agent de réduction, afin d'éviter l'interférence du chlore et autres oxydants généralement présents dans l'eau potable. L'analyse SPADNS 2 élimine l'arsenic de la formulation SPADNS d'origine avec un agent réducteur propriétaire non toxique permettant d'obtenir des résultats et des performances d'analyse identiques. Tous les autres produits chimiques sont identiques à ceux de la méthode SPADNS.

Méthode d'analyse

Méthode avec électrode sélective d'ions

La méthode avec électrode sélective d'ions nécessite un appareil de mesure Hach sens**ion**™ ISE et un système d'électrodes incluant une électrode de référence pour l'argent et le chlorure d'argent, et une électrode standard sélective d'ions fluor. La mesure du fluorure se fait lorsqu'un potentiel de tension s'établit sur le cristal de fluorure de lanthane à l'extrémité de l'électrode. Ce potentiel est directement proportionnel à la concentration de fluorure de l'échantillon. L'appareil est étalonné avec des étalons de fluorure couvrant la gamme de mesures prévues. La concentration s'affiche directement sur l'appareil de mesure. Le tampon d'ajustement de la force ionique totale (TISAB, total

ionic strength adjustment buffer) permet d'éliminer les interférences de l'analyse, de régler le pH à une valeur optimale et d'introduire suffisamment de chlorure de sodium pour masquer les variations de puissance ionique. Le réactif TISAB utilise de l'acide 1,2-cyclohexanédiamine tétraacétique (CDTA) de sodium pour la chélation de métaux interférents, tels qu'Al^{3+} et Fe^{3+}, ainsi que d'autres agents complexants et de tamponnage.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Dureté

Méthodes par titrage à l'EDTA et colorimétrique à la calmagite

Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer

Introduction

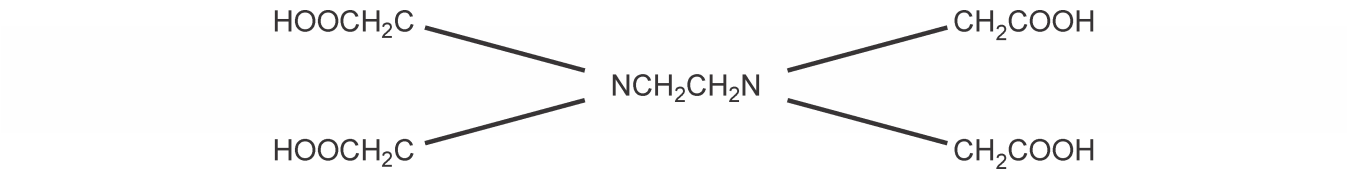
La dureté de l'eau résulte des minéraux dissous, surtout des cations divalents, ce qui inclut le calcium (Ca^{2+}), le magnésium (Mg^{2+}), le fer (Fe^{2+}), le strontium (Sr^{2+}), le zinc (Zn^{2+}) et le manganèse (Mn^{2+}). Les ions de calcium et de magnésium sont généralement les seuls ions présents en concentrations significatives. Par conséquent, la dureté est généralement considérée comme une mesure du calcium et du magnésium dans l'eau. Il faut donc prêter une attention particulière lorsque d'autres cations contribuant à la dureté sont présents en quantités significatives.

Méthodes par titrage

La dureté de l'eau peut être mesurée rapidement par titrage. Au pH correct, la dureté totale (Ca^{2+} et Mg^{2+}) ou la portion apportée par le calcium et le magnésium peut être mesurée indépendamment. L'analyse traditionnelle de la dureté implique l'ajustement du pH sur 10,1 avec un tampon d'ammoniaque, l'addition de témoin d'ériochrome noir T [acide 1-(1-hydroxy-2-naphthylazo)-6-nitro-2-naphthol-4-sulfonique], puis le titrage avec une solution Na_2EDTA (éthylènediaminetétraacétique, sel disodique).

D'autres témoins sont plus stables et donnent une réaction plus rapide, ainsi qu'un point final plus remarquable que l'ériochrome noir T. L'un des meilleurs est la calmagite, acide 1-(1-hydroxy-4-méthyl-2-phénylazo)-2-naphthol-4 sulfonique, qui intervient dans les analyses de dureté totale de Hach. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Structure chimique de l'acide EDTA-éthylènediaminetétraacétique



Méthode colorimétrique

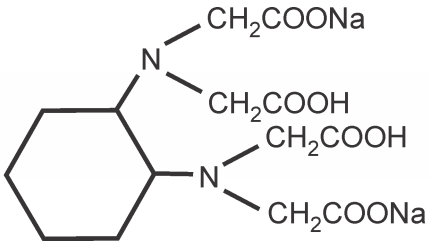
La méthode colorimétrique est destinée à la mesure des faibles niveaux de dureté. L'interférence de certains métaux avec les méthodes par titrage devient insignifiante une fois l'échantillon dilué pour revenir dans la gamme de cette analyse. Le témoin de calmagite et deux agents de chélation, EGTA et EDTA, interviennent dans cette analyse.

Réactions chimiques

Dureté totale

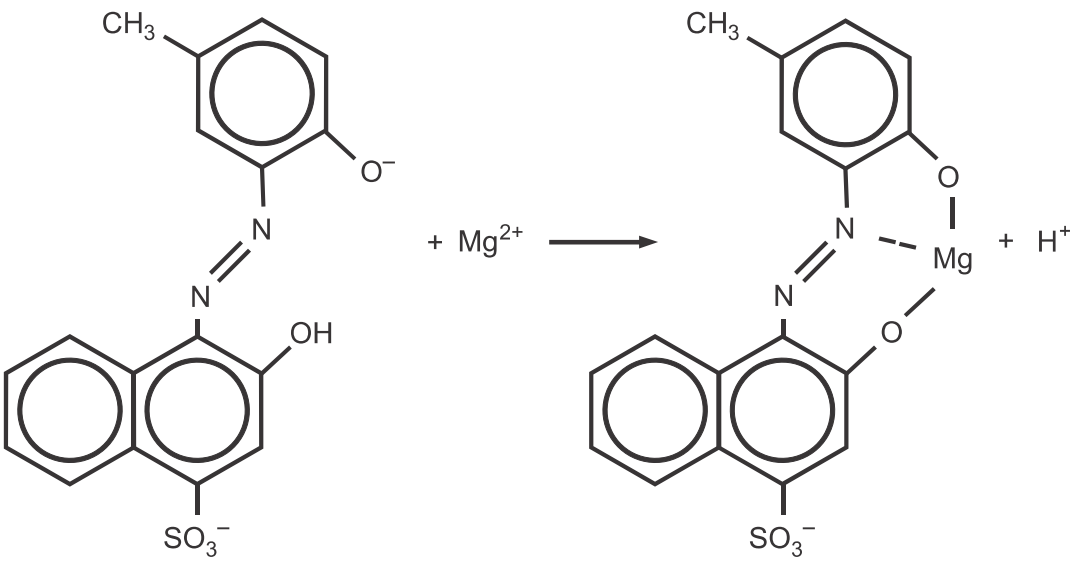
Plusieurs solutions incluant les cartouches de titrateur numérique sont décrites dans la section suivante, afin de titrer les échantillons d'eau préparée qui contiennent un témoin de calmagite. L'agent de titrage de la dureté TitraVer™ (EDTA 0,020 N) est le plus utilisé. L'autre point fort de l'agent de titrage de la dureté TitraVer est qu'il permet de titrer des échantillons à dureté élevée. Vous pouvez également utiliser l'agent de titrage de la dureté HexaVer™. HexaVer est une solution CDTA (acide cyclohexanediamine tétraacétique, sel disodique). Ce produit tolère des interférences de fer plus élevées que TitraVer. Reportez-vous à la section Figure 2.

Figure 2 Structure chimique de la solution CDTA, sel disodique



Le témoin de calmagite est disponible dans des formulations spéciales, telles que ManVer™ et UniVer™. Les formulations ManVer de calmagite ont été spécialement préparées afin d'améliorer la stabilité et d'écarter la plupart des interférences. Les interférences imputables à des ions de métaux, tels que le cuivre ou le fer, peuvent être supprimées ou masquées par l'utilisation du sel de magnésium de la solution CDTA. Le témoin de calmagite est efficace, tout en restant très sécurisé du point de vue de l'utilisation. Les composés de cyanure peuvent également permettre de surmonter les interférences. L'utilisation de composés de cyanure doit être évitée dans la mesure du possible en raison des risques potentiels pour l'environnement et la santé. Reportez-vous à la section Figure 3.

Figure 3 Réaction entre le magnésium et le témoin de calmagite

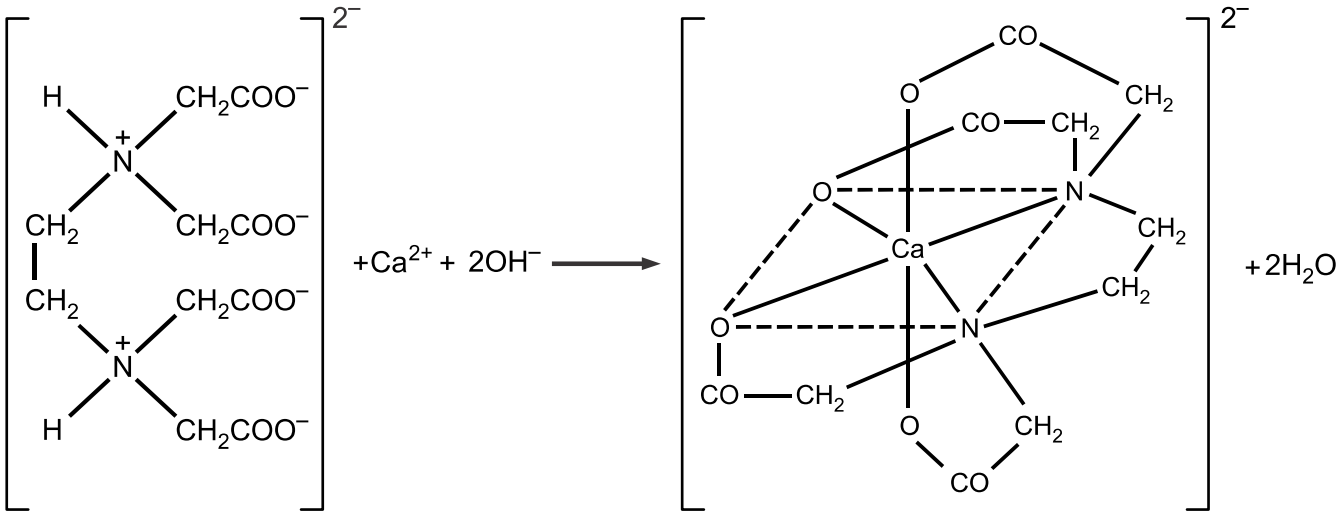


Calmagite (bleu) Complexe calmagite-Mg (rouge bordeaux)

La réaction de la calmagite dépend du pH. Un pH de 10,1 est idéal. Les tampons d'ammoniaque sont généralement utilisés. Cependant, ils dégagent une forte odeur. Les méthodes Hach utilisent le tampon 1 de dureté (2-amino-2-méthyl-1-propanol), qui est stable, sûr du point de vue de l'utilisation et a une odeur moins forte.

La séquence d'analyse de dureté commence par l'ajustement du pH et l'addition d'inhibiteurs et se termine par la formation des complexes Mg^{2+} and Ca^{2+} avec la calmagite. Le calcium forme un complexe faible avec la calmagite à ce pH. La solution est titrée avec du TitraVer (EDTA) ou de l'HexaVer (CDTA). L'agent de titrage se complexe en premier avec du calcium, puis du magnésium. Le changement de couleur, du bordeaux au bleu, indique que l'ensemble du calcium et du magnésium a été supprimé de la calmagite et complexé avec la solution de titrage. Reportez-vous à la section Figure 4.

Figure 4 Calcium complexé avec TitraVer



EDTA

Calcium - EDTA
Calcium Complex

Les résultats du titrage de la dureté sont exprimés en mg/l en $CaCO_3$. La réaction de TitraVer avec le Ca^{2+} et le Mg^{2+} se fait à une proportion de 1 pour 1.

Dureté du calcium

⚠DANGER

Risque de blessures corporelles. N'utilisez pas cette technique si du cyanure de potassium est utilisé pour mesurer la dureté du calcium. L'addition d'acide sulfurique génère un gaz létal de cyanure d'hydrogène.

L'analyse de la dureté du calcium est très proche de celle de la dureté totale. Traditionnellement, le témoin de murexide (purpurate d'ammonium) ou témoin d'ériochrome bleu-noir R est suivi du titrage avec de l'EDTA. Le témoin de calcium CalVer 2 a été développé par Hach pour remplacer ces autres témoins.
CalVer 2 (hydroxy naphthol bleu) est plus sensible et a un changement de couleur de point final plus marqué.

Le témoin de calcium CalVer 2 forme un complexe rouge-violet avec le calcium et se transforme en bleu pur après que le TitraVer retire le calcium du complexe. Le pH est élevé à au moins pH 13 pour précipiter le magnésium. Quelques gouttes de solution étalon de magnésium peuvent être ajoutées lors de la réaction pour mettre davantage en évidence le changement de couleur du point final. Cette procédure peut sembler contradictoire, car le magnésium est précipité en élevant le pH. Cependant, le magnésium ainsi ajouté est chélaté en premier par la teinture et la quantité de magnésium chélaté est très petite. Par conséquent, toute erreur due à l'addition de magnésium est négligeable.

L'ajustement du pH se fait en ajoutant de l'hydroxyde de potassium avant l'addition de CalVer 2. Vous pouvez également ajouter du cyanure de potassium pour complexer les métaux qui interfèrent avant l'addition de CalVer 2.

La dureté du calcium et la dureté totale peuvent être mesurées séquentiellement avec le même échantillon. Une fois la dureté du calcium mesurée, le pH de l'échantillon peut être ajusté vers le bas avec de l'acide sulfurique. Ensuite, les solutions tampon 1 de dureté et ManVer 2 sont ajoutées et le titrage avec TitraVer reprend.

Méthode colorimétrique

La calmagite, contenue dans la solution témoin de calcium et magnésium, est ajoutée dans l'échantillon et le pH est élevé à environ 12,5 avec un tampon. Si vous ajoutez de la calmagite avant l'ajustement du pH, ceci inhibe la précipitation du calcium et du

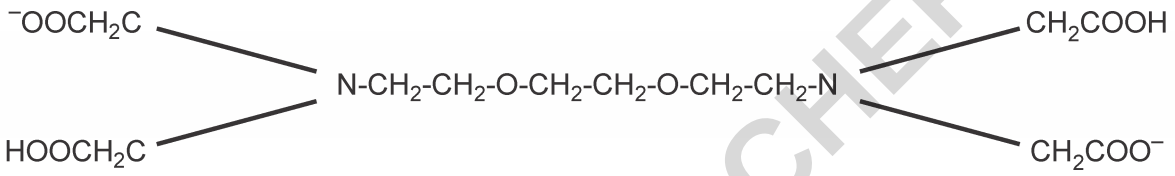
magnésium qui se produit généralement avec un pH aussi élevé. L'échantillon est ensuite divisé en trois portions égales.

L'EDTA est ajouté à la première portion afin de séquestrer le calcium et le magnésium, ce qui rompt les complexes Ca- et Mg-calmagite. Cette solution est utilisée comme blanc pour le zéro de référence afin de standardiser le spectrophotomètre.

L'EGTA, ou acide éthylène-glycol-bis (2-aminoéthylether)-N,N,N',N'-tetraacétique, est ajouté à la deuxième portion d'échantillon. L'EGTA chélate de façon sélective le calcium dans les conditions de l'analyse. Par conséquent, seule l'absorbance due au complexe Mg-calmagite reste à mesurer. Le résultat est exprimé en mg/l Mg en $CaCO_3$. Après la mesure, le spectrophotomètre est ajusté de façon à lire « zéro » sur cette portion. Reportez-vous à la section Figure 5.

L'absorbance de la troisième portion de l'échantillon (qui ne contient pas d'agent chélateur) est mesurée de façon à obtenir une valeur en mg/l Ca en $CaCO_3$. Réglez le spectrophotomètre sur zéro après la mesure de la deuxième portion d'échantillon afin de compenser l'absorbance due au magnésium dans l'échantillon.

Figure 5 Structure chimique de l'EGTA



DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Hidrazine

Méthode au p-diméthylaminobenzaldéhyde

Pour l'eau et l'eau de chaudières

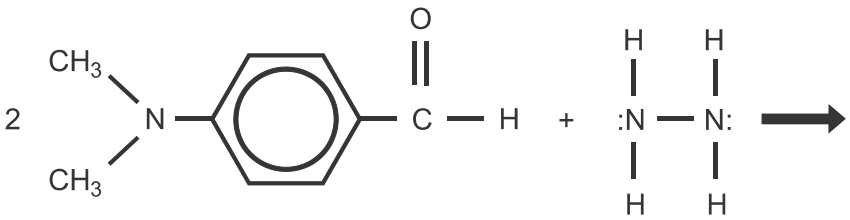
Introduction

L'hydrazine est utilisée en tant que réducteur d'oxygène pour les chaudières à forte pression des centrales électriques et autres applications industrielles de façon à réduire la corrosion des tuyaux et installations en métal. L'analyse de l'hydrazine est une variante de la méthode au p-diméthylaminobenzaldéhyde, pour laquelle plusieurs solutions ont été formulées afin d'obtenir un réactif pour hydrazine unique et stable appelé HydraVer™ 2. Cette méthode est à la fois sensible et facile à réaliser. Elle sert principalement à la détermination de petites quantités d'hydrazine dans le circuit d'arrivée d'eau des chaudières industrielles. Il n'existe aucune interférence commune.

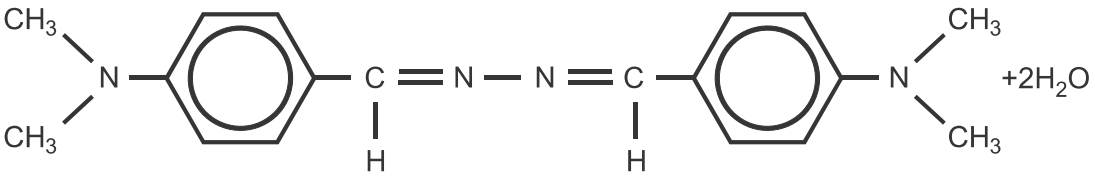
Réactions chimiques

Dans un milieu acide, l'hydrazine se combine avec le p-diméthylaminobenzaldéhyde pour former un complexe d'azine de couleur jaune. Le développement de couleur suit la loi de Beer et reste stable une fois la couleur maximale développée en 10 à 15 minutes. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réaction chimique pour la méthode au p-diméthylaminobenzaldéhyde



p-diméthylarninobenzaldéhyde Hidrazine



Complexe d'azine (jaune dans solution diluée)

Fer

Méthodes à la 1,10-phénanthroline, FerroZine, TPTZ et par titrage

Pour l'eau et l'eau de mer

Introduction

Les aquifères naturels contiennent des quantités variables, mais mineures, de fer alors que ce métal se trouve en abondance à peu près partout ailleurs. Le fer présent dans les eaux souterraines existe normalement à l'état ferreux (Fe^{2+}) ou soluble, et s'oxyde facilement en fer ferrique (Fe^{3+}) en cas d'exposition à l'air. Le fer peut pénétrer dans un système d'approvisionnement en eau du fait de la lixiviation des dépôts naturels, de déchets industriels contenant du fer, d'effluents d'opérations de décapage ou de drainage minier acide.

Le fer contenu dans les systèmes d'alimentation d'eau domestique tache les tissus et la porcelaine. Il entraîne des inconvénients mineurs, mais ne présente aucun risque pour la santé. Les seuils de goût du fer dans l'eau, 0,1 mg/l pour le Fe^{2+} et 0,2 mg/l pour le Fe^{3+}, résultent en un goût amer ou astringent. L'eau utilisée par les processus industriels ne doit pas contenir plus de 0,2 mg/l de fer total.

Les procédures Hach reposent sur trois méthodes d'analyse colorimétrique du fer. La méthode à la 1,10-phénanthroline est l'analyse la plus connue pour le fer. La procédure Fe^{2+} utilise de la poudre de réactif pour fer ferreux contenant le témoin de 1,10-phénanthroline. La détermination ou l'analyse du fer total utilise le réactif pour fer FerroVer. Le réactif pour fer FerroVer contient de la 1,10-phénanthroline, mélangée à un agent réducteur, afin de convertir toutes les formes de fer présentes dans l'échantillon en Fe^{2+}, à l'exception des formes les plus résistantes.

La méthode FerroZine pour fer total est deux fois plus sensible que la méthode à la 1,10-phénanthroline. Les chercheurs de Hach ont breveté un processus de fabrication de réactif pour fer FerroZine de très grande pureté, ce qui est idéal pour la mesure du fer en quantités économiques. Le FerroZine réagit exclusivement avec le fer et forme un complexe stable de couleur intense. Ce réactif fonctionne dans la gamme de pH allant de 3 à 7,5. La méthode FerroZine nécessite une ébullition pour dissoudre la rouille.

La méthode TPTZ pour le fer total a l'avantage de la simplicité, de la sensibilité et de l'indépendance par rapport aux interférences les plus communes. Le fer de l'échantillon, ce qui inclut le fer précipité ou suspendu tel que la rouille, est converti en Fe^{2+} par un agent réducteur. Un complexe Fe^{2+}-TPTZ fortement coloré se forme.

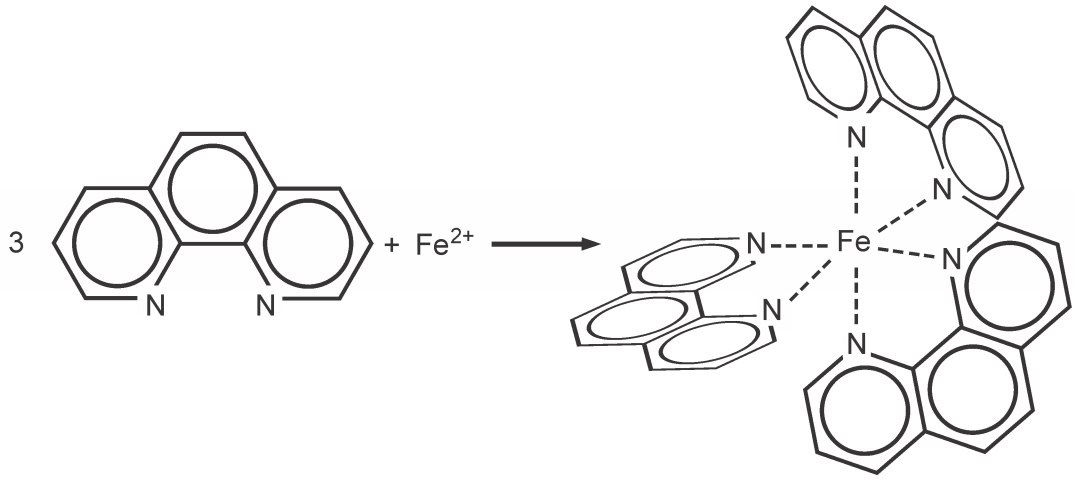
Les méthodes Hach incluent également une procédure de titrage en gamme haute qui utilise l'acide sulfosalicylique comme témoin et l'EDTA comme agent de titrage.

Réactions chimiques

Méthode à la 1,10-phénanthroline

La 1,10-phénanthroline, contenue dans la poudre de réactif pour fer ferreux, réagit avec le Fe^{2+} pour former un complexe orange caractéristique. L'intensité du développement de la couleur est directement proportionnelle à la quantité de Fe^{2+} dans l'échantillon. Le fer total peut également être déterminé avec le réactif pour fer FerroVer. Si vous devez produire un rapport destiné aux autorités américaines de protection de l'environnement, l'échantillon doit également subir une minéralisation. Reportez-vous à la section Figure 1.

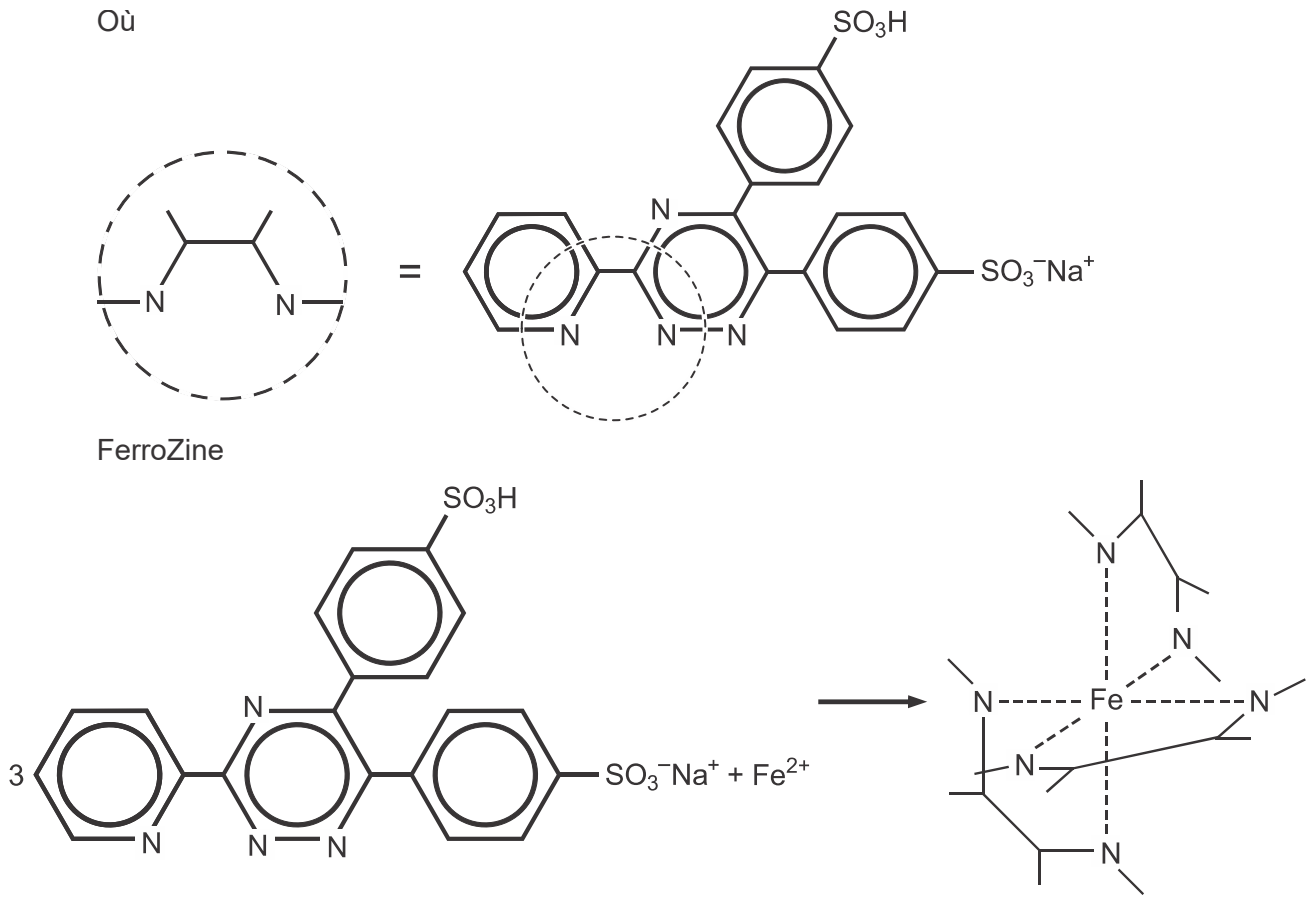
Figure 1 Réaction chimique pour la méthode à la 1,10-phénanthroline



Méthode FerroZine

Il est possible de détecter de très faibles concentrations de fer avec un témoin ultra-sensible, le réactif pour fer FerroZine, 3-(2-pyridyl)-5, 6-bis (4-acide phénylsulfonique)-1, 2, 4-triazine, sel monosodique. Le réactif pour fer FerroZine permet également d'analyser des échantillons contenant de la magnétite (oxyde noir de fer) ou des ferrites par chauffage. Pour réaliser l'analyse, ajoutez une solution de réactif pour fer FerroZine dans l'échantillon d'eau. Cet échantillon est ainsi tamponné à un pH de 3,5 et un complexe de couleur violette se forme en proportion directe avec la concentration de fer. Un agent de réduction est inclus pour convertir tout Fe^{3+} en Fe^{2+} (qui forme le complexe coloré). Reportez-vous à la section Figure 2.

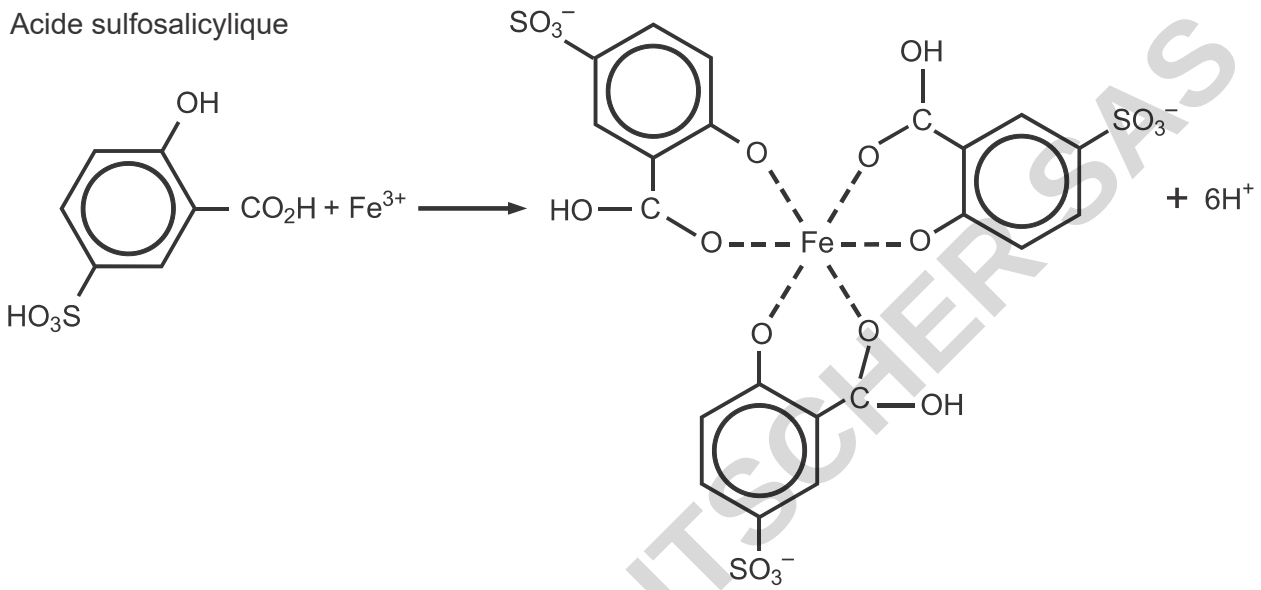
Figure 2 Réaction chimique pour la méthode FerroZine



Méthode par titrage

La méthode par titrage est conçue pour les fortes concentrations de fer, telles que les déterminations d'eau des gisements pétrolifères. Avec cette méthode, le fer présent dans l'échantillon est oxydé en Fe^{3+} par un agent d'oxydation. Le Fe^{3+} est ensuite détecté avec de l'acide sulfosalicylique qui forme un complexe bordeaux avec le Fe^{3+}. Cette solution est titrée avec TitraVer (EDTA) afin d'obtenir un point final incolore à jaune. Ajoutez un tampon pour stabiliser le Fe^{3+}. Reportez-vous à la section Figure 3.

Figure 3 Méthode par titrage

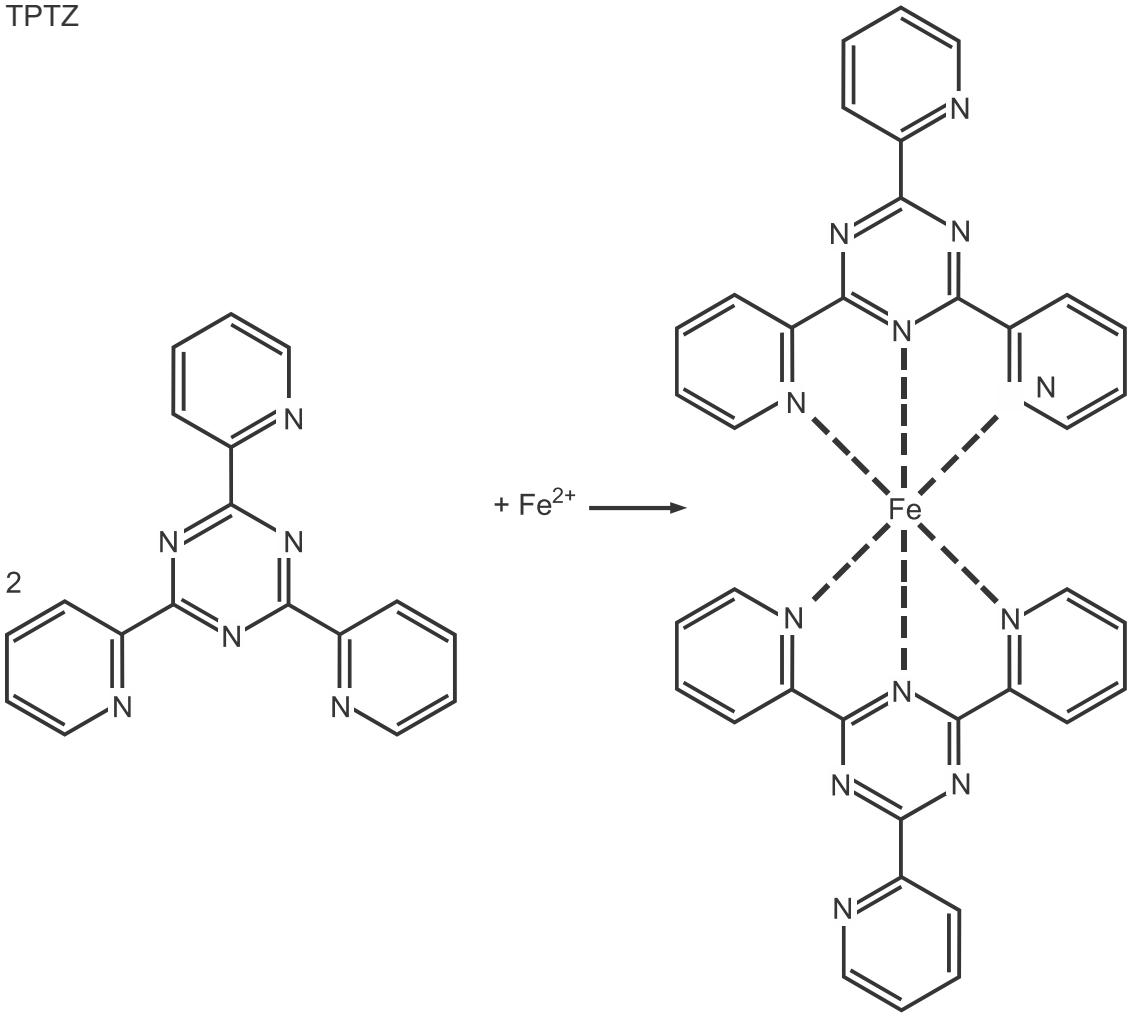


Méthode TPTZ

Le TPTZ, 2,4,6-tripyridyle-s-triazine, réagit avec le Fe^{2+} et donne une couleur bleue intense virant sur le violet. Ajoutez des agents réducteurs pour convertir le fer de l'échantillon à la forme Fe^{2+}. Le TPTZ, les agents réducteurs et les tampons de pH sont réunis afin d'obtenir un réactif unique, sous la forme d'un sachet de poudre de réactif pour fer TPTZ. Reportez-vous à la section Figure 4.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Figure 4 Réaction chimique pour la méthode TPTZ



Manganèse

Méthodes par oxydation au périodate et PAN

Pour l'eau et les eaux résiduaires

Introduction

Le manganèse est présent dans les eaux souterraines principalement en tant qu'ion divalent (Mn^{2+}) en raison du manque d'oxygène sous la surface. Les eaux de surface peuvent contenir des combinaisons de manganèse à différents stades d'oxydation, que ce soit en tant que complexes solubles ou particules en suspension.

La présence de manganèse dans les installations publiques d'alimentation en eau présente davantage un problème économique, qu'un danger potentiel de santé. En effet, le manganèse provoque des taches sombres sur le linge et tend à se déposer dans les tuyauteries et la plomberie, ce qui peut donner un goût désagréable à des boissons comme le café ou le thé. Les niveaux de manganèse dans les eaux naturelles sont rarement supérieurs à 1 mg/l. Toutefois, des niveaux de 0,1 mg/l sont suffisants pour créer des problèmes de goût et des taches. Le niveau généralement accepté de manganèse dans les systèmes publics d'alimentation en eau est de 0,05 mg/l.

Les procédures d'analyse pour la détermination du manganèse s'appuient sur deux méthodes. La méthode par oxydation au périodate permet de réaliser une analyse simple et rapide des niveaux élevés de manganèse. La méthode PAN (1-(2-pyridylazo)-2-napthol) est une technique sensible et rapide pour les faibles niveaux de manganèse.

Réactions chimiques

Méthode par oxydation au périodate

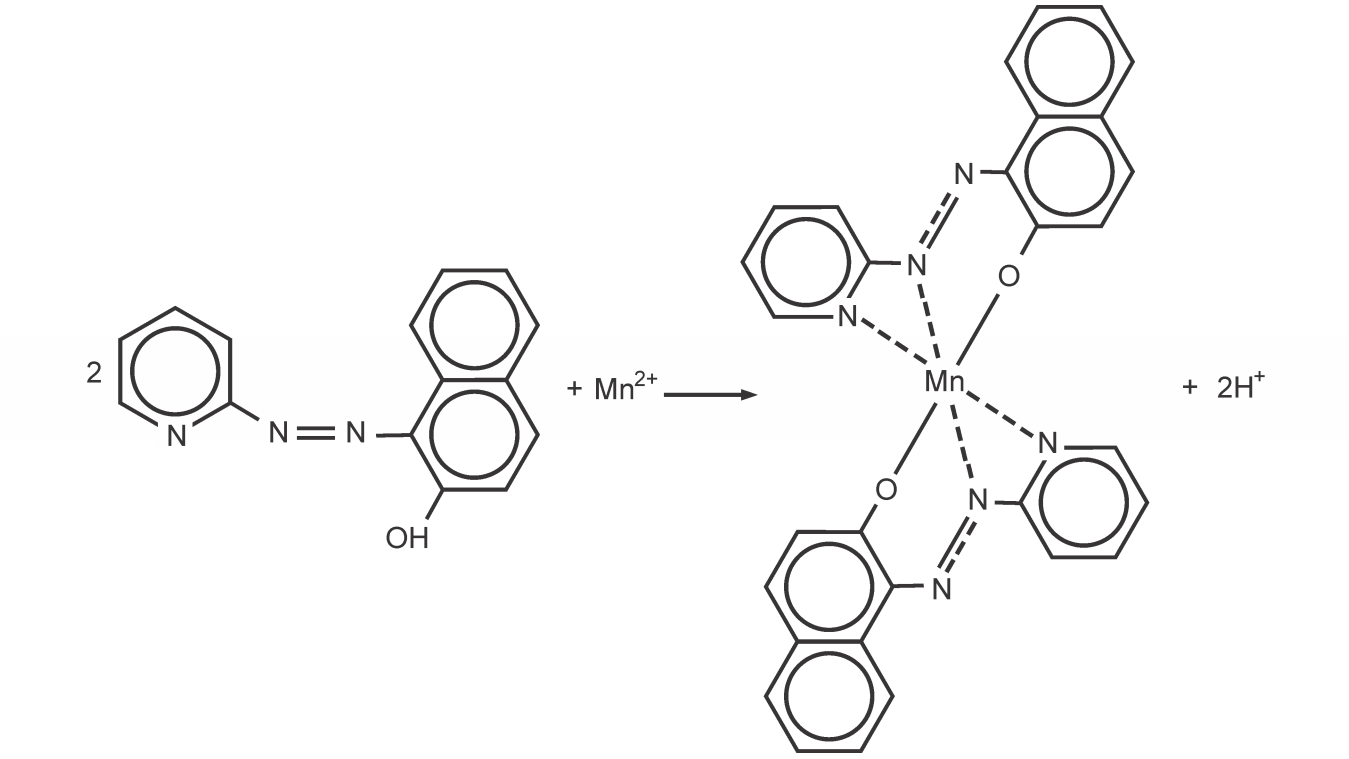
Le manganèse s'oxyde en permanganate avec le périodate dans un échantillon d'eau légèrement acidifié. Aucun témoin n'est nécessaire. L'intensité de la couleur violette (de l'ion de permanganate) est une indication directe de la quantité de manganèse présente dans l'échantillon.

$$3H_2O + 2Mn^{2+} + 5IO_4^- \rightarrow 2MnO_4^- + 5IO_3^- + 6H^+$$

Méthode PAN

La méthode PAN repose sur un réactif alcalin cyanuré. L'ajout de témoin de PAN forme un complexe de couleur orange-rouge avec l'ion de manganèse. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réaction chimique pour la méthode PAN



Molybdène, molybdate

Méthodes à l'acide mercaptoacétique et avec complexe ternaire

Pour l'eau

Introduction

Les sels de molybdène (molybdate) sont généralement utilisés en tant qu'inhibiteurs de corrosion dans les systèmes de refroidissement par eau. De nombreuses techniques permettent d'identifier le molybdène en tant que molybdate (MoO_4^{2-}) dans l'eau. La méthode à l'acide mercaptoacétique est l'une des plus référencées pour l'identification du molybdène. La procédure Hach améliore et simplifie cette procédure éprouvée.

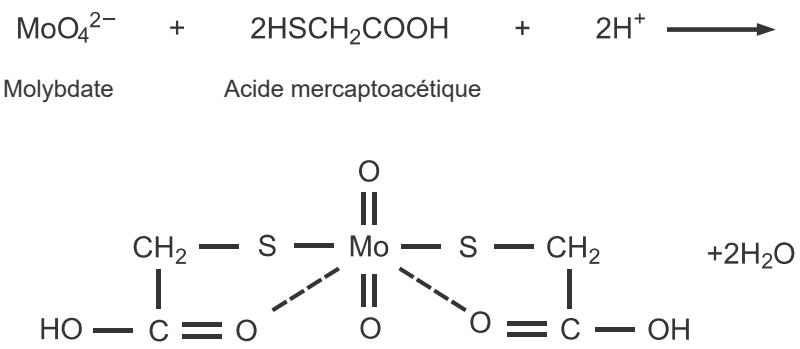
Réactions chimiques

Acide mercaptoacétique

La méthode MolyVer™ (acide mercaptoacétique) repose sur trois poudres de réactif. En premier lieu, un sachet de poudre de réactif MolyVer 1 est ajouté. Le MolyVer 1 inclut un tampon pour contrôler le pH et un agent chélateur pour masquer les interférences.

Les résultats faibles peuvent être dus à la réduction du Mo^{6+} en Mo^{5+}, car l'analyse est spécifique pour le Mo^{6+}. De la poudre de réactif MolyVer 2 est ajoutée pour empêcher la réduction de l'ion Mo^{6+}. Enfin, de l'acide mercaptoacétique contenu dans la poudre de réactif MolyVer 3 est ajouté. La réaction de la poudre MolyVer 3 avec le Mo^{6+} entraîne la formation d'une couleur jaune caractéristique. Le développement de la couleur jaune suit la loi de Beer sur toute la gamme de l'analyse. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réaction chimique pour la méthode à l'acide mercaptoacétique

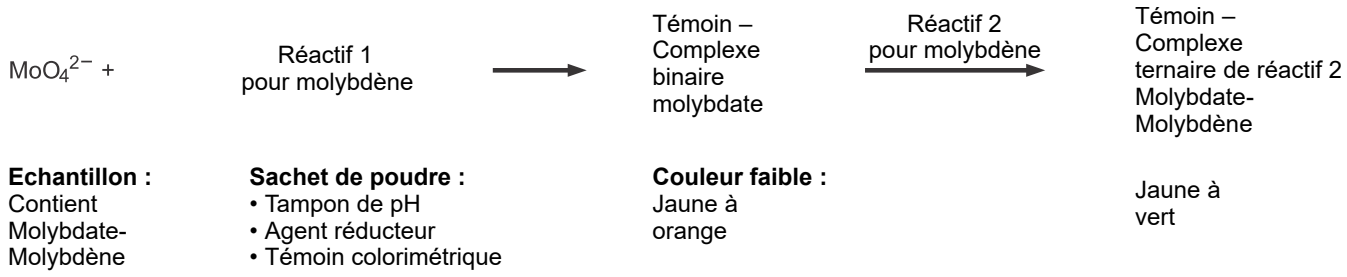


Méthode avec complexe ternaire

La méthode avec complexe ternaire repose sur deux réactifs pour molybdène dans la gamme 0 à 3 mg/l. En premier lieu, l'échantillon contenant du molybdène réagit avec le réactif 1 pour molybdène, qui contient un témoin colorimétrique, un tampon pH et un agent réducteur. L'agent réducteur contrebalance l'interférence du fer, un contaminant commun dans les échantillons d'eau de chaudière et de refroidissement. Le témoin forme un complexe binaire coloré avec le molybdène. Selon les niveaux de molybdène, la couleur du complexe binaire va du jaune pâle à l'orange rouille.

Ensuite, le réactif 2 pour molybdène se mélange avec le complexe binaire pour former un complexe ternaire (en trois parties) de couleur bleue intense et directement proportionnelle à la concentration de molybdène dans l'échantillon. La couleur semble aller du jaune au vert, car le bleu est superposé sur un fond jaune. Ces couleurs correspondent à 0 mg/l Mo (jaune) jusqu'à 3 mg/l Mo (vert foncé). Reportez-vous à la section Figure 2.

Figure 2 Cheminement de la réaction chimique pour la méthode avec complexe ternaire



Nickel

Méthodes à l'heptoxime et PAN

Pour l'eau

Introduction

Le nickel est rarement présent dans les eaux naturelles. En revanche, il est souvent présent dans les eaux résiduaires industrielles en tant que produit direct des bains de placage des métaux et peut résulter de la corrosion des alliages d'acier inoxydable, de nickel ou de cobalt. Le nickel est considéré comme relativement non toxique pour les humains. La toxicité du nickel pour l'écosystème aquatique varie considérablement en fonction des espèces, du pH, des effets synergiques et d'autres facteurs. Les sels de nickel à des concentrations comprises entre 0,5 et 1,0 mg/l ont des effets toxiques connus sur certaines espèces de plantes.

Les procédures Hach reposent sur deux méthodes pour identifier le nickel : à l'heptoxime et PAN. Le témoin heptoxime est très courant et a été formulé sous forme de poudre sèche et stable emballée dans des sachets pour faciliter la détermination du nickel. Un deuxième sachet de poudre est utilisé afin de surmonter les interférences des autres métaux présents. L'heptoxime forme un complexe jaune qui est extrait dans du chloroforme pour les mesures.

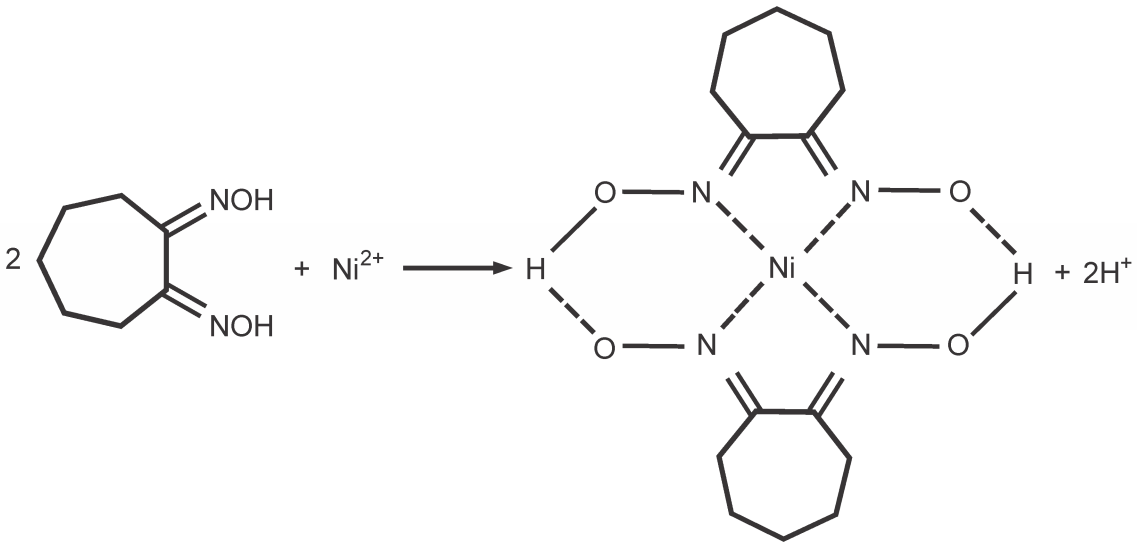
La procédure PAN est une méthode sensible permettant de détecter le nickel et le cobalt dans des concentrations inférieures à 1 mg/l. Cette méthode est unique, car il est possible d'effectuer des déterminations simultanées des concentrations de nickel et de cobalt sur la même portion d'échantillon sans avoir à réaliser au préalable l'extraction de solvant ou la préconcentration de l'échantillon.

Réactions chimiques

Méthode à l'heptoxime

Le nickel est analysé de façon quantitative par le biais de sa réaction avec l'heptoxime qui forme un complexe jaune. Ce complexe est ensuite extrait dans une couche de chloroforme afin de concentrer la couleur et de bénéficier d'une détermination colorimétrique plus sensible. Des agents chélateurs sont ajoutés dans l'échantillon afin de surmonter les interférences liées au cobalt, au cuivre et au fer. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réactions chimiques pour la méthode à l'heptoxime



Méthode PAN

La méthode PAN pour le nickel est développée plus en détail dans la section relative à la méthode PAN pour le cobalt, dans la mesure où le cobalt et le nickel peuvent être déterminés dans le même échantillon.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Azote ammoniacal

Méthodes Nessler et au salicylate

Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer

Introduction

L'ammoniaque résulte de la décomposition microbiologique des protéines animales et végétales. Il peut être utilisé directement à nouveau par les plantes pour fabriquer d'autres protéines. L'ammoniaque et ses composés sont utilisés directement en tant qu'engrais.

La présence d'azote ammoniacal dans les eaux de surface est généralement révélatrice d'une pollution domestique. Elle est en revanche normale dans les eaux souterraines, car elle résulte dans ce cas de processus microbiologiques. Les produits et procédures Hach reposent sur deux méthodes pour identifier l'ammoniaque : Nessler et au salicylate.

Réactions chimiques

Méthode Nessler

Lors de l'analyse de l'ammoniaque, le réactif Nessler (K_2HgI_4) réagit avec l'ammoniaque contenu dans l'échantillon (dans des conditions très alcalines) et donne une couleur jaune. L'intensité de la couleur est directement proportionnelle à la concentration d'ammoniaque.

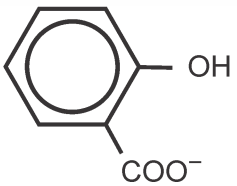
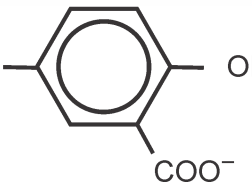
$$2K_2HgI_4 + NH_3 + 3KOH \rightarrow Hg_2OINH_2 + 7KI + 2H_2O$$

Méthode au salicylate

La méthode au salicylate est une variante moins connue de la méthode au phénate qui a pour avantage de ne pas contenir de sels de mercure et de phénol. Cette méthode est très utile pour les déterminations d'azote ammoniacal en gamme basse. La procédure implique plusieurs réactions pour parvenir au développement d'une couleur verte. Cependant, tous les réactifs sont réunis dans des sachets de poudre pratiques (sachets de poudre de réactif salicylate et cyanurate alcalin) ou une combinaison de sachets de poudre et de tubes TNT.

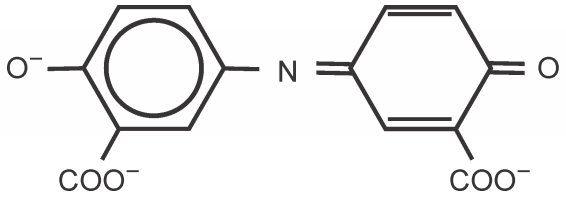
Les composés d'ammoniaque sont généralement combinés avec de l'hypochlorite pour former de la monochloramine (1), qui réagit ensuite avec le salicylate pour former du 5-aminosalicylate (2).

(1) $NH_3 + OCl^- \longrightarrow NH_2Cl + OH^-$

(2) $NH_2Cl +$  $\longrightarrow$  $+ Cl^-$

Le 5-aminosalicylate est oxydé en présence de nitroprussiate ou $Fe(CN)_5NO^{2-}$ (également appelé nitroferricyanure), comme catalyseur pour former de l'indosalicylate, un composé coloré bleu. La couleur bleue est masquée par la coloration jaune (du nitroprussiate présent en excès), ce qui génère une solution de couleur verte. L'intensité de la couleur est directement proportionnelle à la concentration d'ammoniaque dans l'échantillon. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Structure chimique de l'indosalicylate



Azote, nitrate

Méthode par réduction au cadmium

Pour l'eau et les eaux résiduaires

Introduction

Le nitrate résulte de l'oxydation totale de l'azote et est très répandu dans l'eau. Les bactéries à l'origine du nitrate convertissent les nitrites en nitrates dans des conditions aérobies. La foudre convertit d'importantes quantités d'azote atmosphérique (N_2) directement en nitrates. De nombreux engrais granulaires du commerce contiennent de l'azote sous forme de nitrates.

Des niveaux élevés de nitrate dans l'eau peuvent être dus à des déchets biologiques en phase finale de stabilisation ou à des écoulements de champs fertilisés de façon intensive. Les effluents riches en nitrates qui se déchargent dans les eaux réceptrices peuvent réduire la qualité de l'eau et favoriser la prolifération d'algues. Les eaux potables ayant une teneur excessive en nitrates peuvent provoquer la méthémoglobinémie (maladie bleue des nourrissons). Par conséquent, l'USEPA a fixé un seuil pour l'eau potable conformément à la loi américaine sur l'eau potable, le « Safe Drinking Water Act ».

Les analyses en gamme haute reposent sur deux méthodes d'analyse. La méthode NitraVer™ 5 gamme haute est une variante de la méthode par réduction au cadmium et utilise l'acide gentisique au lieu de l'élément 1-naphthylamine. Tous les réactifs nécessaires ont été réunis dans une poudre unique et stable.

La méthode à l'acide chromotropique gamme haute pour les nitrates implique la réaction du nitrate dans un milieu très acide avec l'acide chromotropique. Le mélange de réaction finale est contenu dans le tube Test 'N Tube™ avec bouchon fileté.

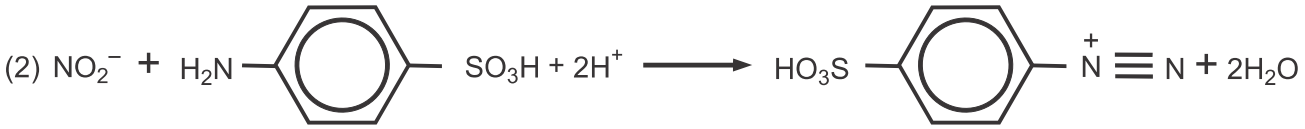
L'analyse des nitrates en gamme basse est également une variante de la méthode par réduction au cadmium, et utilise un témoin très sensible à base d'acide chromotropique. Les deux méthodes détectent les nitrates et les nitrites.

Réactions chimiques

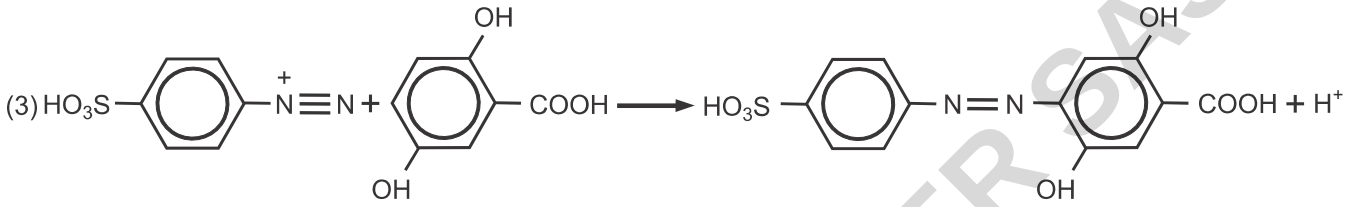
Gamme haute — NitraVer 5

Lors de l'analyse en gamme haute avec NitraVer 5, le cadmium métallique sert à réduire les nitrates (NO_3^-) en nitrites (NO_2^-) (réaction 1). Ensuite, les ions de nitrite réagissent dans un milieu acide avec de l'acide sulfanilique pour former un sel de diazonium intermédiaire (réaction 2) qui, lorsqu'il est en présence d'acide gentisique (réaction 3), forme un composé ambré. L'intensité de la couleur du composé est directement proportionnelle à la concentration de nitrate dans l'échantillon d'eau.

(1) $NO_3^- + Cd + 2H^+ \longrightarrow NO_2^- + Cd^{2+} + H_2O$



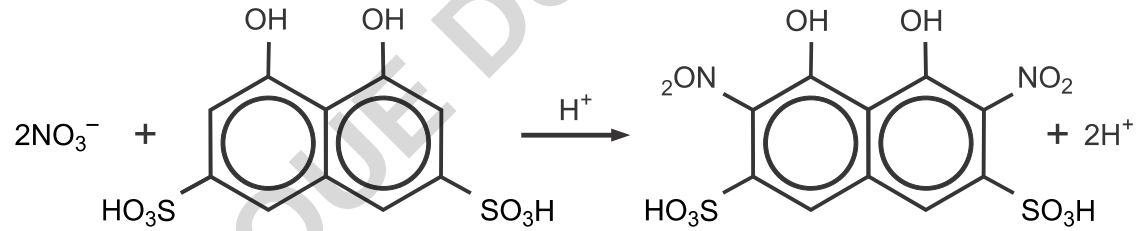
Acide sulfanilique — Sel de diazonium



Sel de diazonium — Acide Gentisique — Formes de couleur ambrée

Gamme haute – Méthode à l'acide chromotropique

Lors de l'analyse à l'acide chromotropique, l'échantillon est ajouté dans un tube Test 'N Tube™ contenant de l'acide sulfurique. Ce mélange d'échantillon/acide sulfurique permet de régler le zéro du spectrophotomètre. L'acide chromotropique est ensuite ajouté sous forme de réactif B NitraVer X. Deux moles de nitrate réagissent avec une mole d'acide chromotropique pour former un produit de réaction jaune qui atteint son taux d'absorbance maximal à 410 nm.

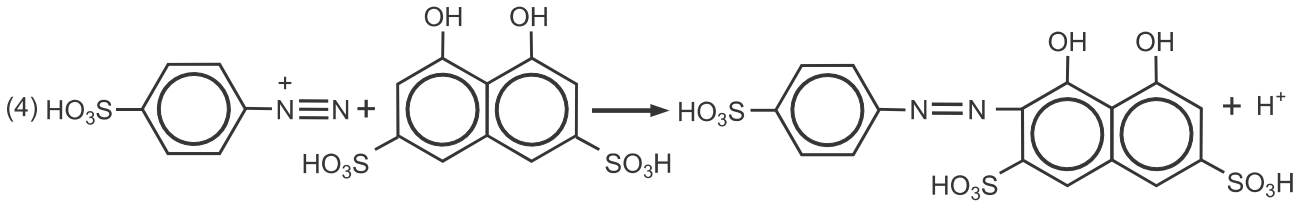


Nitrate — Acide chromotropique — Couleur jaune

Gamme basse

Lors de l'analyse de nitrates en gamme basse, le cadmium métallique sert à réduire les nitrates en nitrites. Le cadmium est fourni par les sachets de poudre de réactif NitraVer 6. Les ions de nitrite réagissent avec l'acide sulfanilique pour créer un sel de diazonium intermédiaire, comme c'est le cas dans l'analyse de gamme haute. Le sel de diazonium forme ensuite un complexe rouge-orange avec l'acide chromotropique. L'intensité de la couleur est directement proportionnelle à la concentration de nitrate dans l'échantillon (réaction 4). Lors de l'analyse en gamme basse, les acides sulfanilique et chromotropique proviennent des sachets de poudre de réactif NitriVer 3.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS



Sel de diazonium | Acide chromotropique | Couleur rouge-orange

Azote, nitrite

Méthodes au sulfate ferreux et par diazotation

Pour l'eau et les eaux résiduaires

Introduction

Les nitrites-nitrates constituent une phase intermédiaire de la décomposition biologique des composés comportant de l'azote organique. Les bactéries à l'origine du nitrite convertissent l'ammoniaque en nitrite dans des conditions aérobies. La réduction bactérienne des nitrates peut également créer des nitrites dans des conditions anaérobies. Les nitrites sont fréquemment utilisés en tant qu'inhibiteurs de corrosion dans les eaux de processus industriels et les tours de refroidissement. L'industrie alimentaire utilise les composés de nitrite comme conservateurs.

Dans la mesure où les nitrites s'oxydent facilement en nitrates, ils sont rarement présents dans les eaux de surface. La présence de grandes quantités de nitrites signale des déchets organiques partiellement décomposés dans l'eau en cours d'analyse. Les concentrations de nitrite dans l'eau potable dépassent rarement 0,1 mg/l.

L'analyse de nitrite en gamme haute est une variante de l'analyse classique de l'anneau brun pour les nitrates et utilise du sulfate ferreux. Une fois le pH de l'échantillon contrôlé, le nitrite restant est réduit en oxyde nitreux qui réagit avec le témoin et donne une couleur verdâtre/brune. Les nitrates ne sont pas enregistrés au cours de cette analyse. Tous les réactifs nécessaires ont été réunis dans un sachet de poudre unique appelé réactif pour nitrite NitriVer 2. Un agent spécial inhibe la formation de couleur ou la précipitation des ions interférents les plus communs.

L'analyse de nitrite en gamme basse utilise les acides chromotropique et sulfanilique comme témoin. Le témoin et un tampon sont réunis dans un seul réactif en poudre pour nitrite NitriVer 3. Cette analyse est sensible aux faibles concentrations de nitrite.

Réactions chimiques

Gamme haute, méthode au sulfate ferreux

Dans un milieu acide, le sulfate ferreux réduit l'azote en nitrite (NO_2^-) pour former de l'oxyde nitreux (NO). L'ion ferreux se combine avec l'oxyde nitreux pour former un complexe brunâtre dont l'intensité de la coloration est proportionnelle au nitrite présent dans l'échantillon d'eau. Le développement de la couleur suit la loi de Beer.

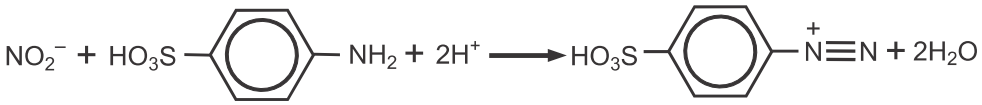
$2Fe^{2+} + 4H^+ + 2NO_2^- \rightarrow 2Fe^{3+} + 2NO + 2H_2O$

$NO + FeSO_4 \rightarrow FeSO_4 \times NO$

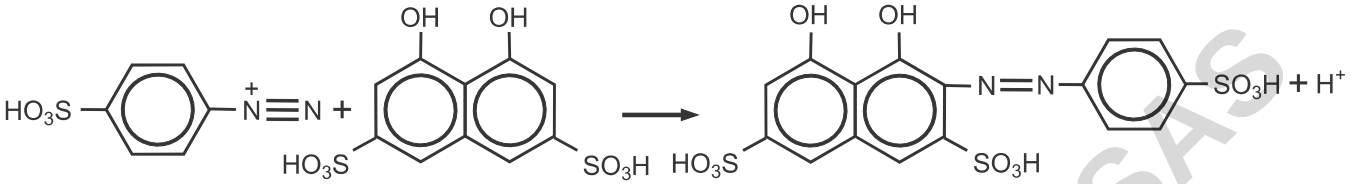
Gamme basse, méthode par diazotation

Lors de l'analyse de nitrite en gamme basse, les ions de nitrite réagissent avec l'acide sulfanilique pour former un sel de diazonium intermédiaire qui réagit avec l'acide chromotropique pour produire un complexe rouge-orange directement proportionnel à la quantité de nitrite présent. La mesure de l'intensité de la couleur permet de déterminer avec précision la concentration de nitrite dans l'échantillon d'eau. Reportez-vous à la section Nitrogen Nitrate_CR_Low range à la page 44.

Figure 1 Réaction chimique pour la méthode par diazotation, gamme basse



Acide sulfanilique



Acide chromotropique

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Carbone organique, total

Méthode directe

Pour l'eau et les eaux résiduaires

Introduction

L'analyse du carbone organique total (COT) est essentielle pour le traitement de l'eau potable, et un témoin clé de la formation potentielle de sous-produits de désinfection. Dans les eaux résiduaires, le COT est important comme solution de remplacement pour l'analyse de DCO et a un impact sur les normes de prétraitement des eaux domestiques, la limitation de déversement des effluents et des eaux intervenant dans des processus industriels.

L'analyse colorimétrique du COT mesure la quantité totale de carbone organique non volatil dans un échantillon. Cette méthode repose sur la minéralisation/diffusion contrôlée dans un récipient en verre hermétiquement fermé (brevet déposé aux Etats-Unis n ° 6,368,870). Le carbone de l'échantillon est oxydé en dioxyde de carbone par le persulfate. Le dioxyde de carbone se diffuse dans une solution témoin colorée de pH, où il est converti en acide carbonique. Le changement de couleur qui en résulte est proportionnel à la concentration de carbone présent dans l'échantillon.

Réactions chimiques

Afin d'éliminer le carbone inorganique de l'échantillon, ajustez l'échantillon sur le pH 2 avec un tampon et mélangez vigoureusement pendant 10 minutes :

COT = Carbone total – Carbone inorganique

Un volume adapté d'échantillon traité et de persulfate de potassium est ajouté dans un tube de minéralisation de 16 mm avec bouchon fileté contenant un réactif pour solution de minéralisation acide. Une ampoule en verre intacte de 9 mm contenant la solution témoin de COT est ouverte et placée dans le tube de minéralisation. L'ensemble est ensuite scellé avec un bouchon à visser et minéralisé à 103–105 °C (217–221 °F) pendant 2 heures.

En présence de persulfate acide et en cas de pression et température élevées, le carbone organique de l'échantillon est oxydé en dioxyde de carbone. Par exemple, lors de la minéralisation au persulfate d'un échantillon contenant du formiate, la réaction chimique est :

$S_2O_8^{2-} + HCOO^- \rightarrow HSO_4– + SO_4^{2-} + CO_2$

Le CO_2 généré se diffuse et est capté par une solution aqueuse contenant un témoin de pH. Le CO_2 absorbé forme de l'acide carbonique en application de la formule suivante :

$CO_2 + H_2O \rightarrow 2H^+ + CO_3^{2-}$

Le témoin de pH (avant l'absorption du CO_2) est à sa forme déprotonée, ou de base, ($D^–$). Au fur et à mesure que le taux de CO_2 absorbé augmente, le niveau d'ions d'hydrogène augmente, ce qui résulte en une augmentation de la forme protonée du témoin :

$D^–$ (couleur A) + $H^+ \rightarrow$ DH (couleur B)

La concentration du carbone dans l'échantillon est proportionnelle au changement de couleur, que ce soit le changement de couleur A ($\Delta D^–$), de couleur B (ΔDH) ou de la somme ($\Delta D^– + \Delta$DH).

Demande en oxygène, chimique

Minéralisation par réacteur au moyen de la méthode au dichromate de potassium

Pour les eaux résiduaires

Introduction

L'analyse de demande chimique en oxygène (DCO) avec du dichromate mesure l'équivalent en oxygène de la quantité de matières organiques pouvant être oxydée par le dichromate de potassium dans une solution d'acide sulfurique à 50 %.

De manière générale, les composés d'argent servent de catalyseur pour l'oxydation de certaines classes de matières organiques, tandis que les composés de mercure permettent de réduire l'interférence de l'oxydation des ions chlorures par le dichromate. Cette réaction produit du dioxyde de carbone, de l'eau et différents états de l'ion de chrome.

Une fois l'étape d'oxydation terminée, la quantité de dichromate consommée est mesurée par titrimétrie ou colorimétrie. La quantité de chrome réduit (ion de chrome) ou la quantité de dichromate non soumis à une réaction peut être mesurée. Si la dernière méthode est utilisée, l'analyste doit connaître la quantité exacte de dichromate ajoutée.

Réactions chimiques

L'oxydation des matières organiques par le dichromate dans l'acide sulfurique convertit la plupart du carbone en dioxyde de carbone et transforme l'hydrogène présent dans le composé organique en eau. Les autres éléments peuvent également être oxydés.

Les résultats de la demande chimique en oxygène sont généralement exprimés en quantité d'oxygène consommée pendant l'oxydation des matières organiques. Lorsque de l'oxygène est utilisé comme oxydant principal lors de l'oxydation de l'hydrogénophtalate de potassium, l'équation ci-dessous décrit la réaction :

$KC_8H_5O_4 + 7.5O_2 \rightarrow 8CO_2 + 2H_2O + KOH$

Sept molécules et demie d'oxygène (O_2) consomment une molécule d'hydrogénophtalate de potassium (KHP). Sur la base du poids, la demande théorique en oxygène pour le KHP est de 1,175 mg d'O_2 par mg de KHP.

Vous disposez de deux méthodes de base, titrimétrique et colorimétrique, pour déterminer la quantité de chrome dans un état de valence donné. Chaque méthode présente plusieurs variantes.

Lorsque le titrage intervient dans la technique de mesure, la quantité de Cr^{6+} restant est donnée. Ceci peut se faire de deux façons. Dans les deux cas, la quantité initiale exacte d'ions de Cr^{6+} doit être connue. En effet, l'analyste doit être en mesure de soustraire le niveau final de Cr^{6+} du niveau initial, afin d'obtenir la quantité qui a été réduite en Cr^{3+}. Cette différence permet de calculer la DCO. La quantité initiale est déduite par un calcul, car l'étalon primaire de dichromate de potassium est disponible ou la solution principale est analysée en premier.

La quantité finale de dichromate est généralement identifiée par titrage direct et utilise du sulfate d'ammoniaque ferreux en tant qu'agent de titrage et de la « ferroïne » (sulfate ferreux de 1,10-phénanthroline) en tant que témoin. Le Fe^{2+} de l'agent de titrage réagit avec les ions de chrome :

$3Fe^{2+} + Cr^{6+} \rightarrow 3Fe^{3+} + Cr^{3+}$

La combinaison de 1,10-phénanthroline avec du Fe^{2+} donne une couleur intense, tandis que la combinaison avec du Fe^{3+} ne produit aucune couleur. Une fois la réduction de Cr^{6+} en Cr^{3+} terminée, le Fe^{2+} réagit pour former le complexe « ferroïne » et la couleur de la solution vire radicalement du bleu-vert à l'orange-brun, ce qui indique que le point final est atteint. Le point final peut également être déterminé de façon potentiométrique.

La détermination colorimétrique présente plusieurs avantages par rapport au titrage. La détermination colorimétrique est plus rapide et plus simple à réaliser. D'autre part, elle ne nécessite pas de réactifs supplémentaires. Avec la méthode par minéralisation par réacteur, les tubes de minéralisation peuvent être examinés en cours de minéralisation

pendant qu'ils sont chauds, afin de déterminer la fin du processus d'oxydation, ce qui résulte en un temps de minéralisation plus court. Lorsque la méthode par minéralisation par réacteur s'applique, le spectrophotomètre est réglé sur 420 ou 365 nm pour les gammes les plus basses et 620 nm pour les gammes les plus hautes. La mesure en gamme basse détermine le Cr^{6+} jaune restant et la mesure en gamme haute détermine la quantité de Cr^{3+} vert produite.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Oxygène, dissous

Modification azide de la méthode Winkler et méthode par mesure de la luminescence (LDO)

Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer

Introduction

L'analyse d'oxygène dissous est l'une des plus importantes pour déterminer la qualité des eaux naturelles. Les conséquences de l'oxydation des déchets dans les cours d'eau, la qualité de l'eau pour les poissons et autres organismes, ainsi que la progression de l'auto-purification peuvent être mesurées ou estimées sur la base de la teneur en oxygène dissous. Dans les unités de traitement aérobie de boues d'épuration, le seuil minimal d'odeur gênante, l'efficacité maximale du traitement et la stabilisation des eaux résiduaires dépendent de la présence d'une quantité suffisante d'oxygène dissous. Il est essentiel de mesurer fréquemment l'oxygène dissous pour contrôler efficacement ce processus.

L'oxygène dissous est indispensable pour la survie de la faune et la flore aquatique. De manière générale, 4 à 5 mg/l d'oxygène dissous est une concentration tout juste suffisante sur une période prolongée. Pour assurer des réserves de pêche adéquates, la teneur en oxygène dissous doit se situer dans la gamme de 8 à 15 mg/l.

La concentration d'oxygène dissous varie en fonction de la profondeur, des dépôts de boue, de la température, de la clarté et du débit. Par conséquent, un échantillon unique est rarement représentatif de l'état général d'une étendue d'eau.

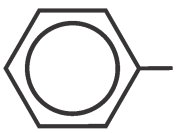
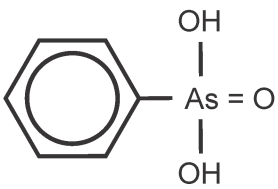
Réactions chimiques

Modification azide de la méthode Winkler

Dans l'analyse, le Mn^{2+} (ion de manganèse) réagit avec l'oxygène dissous présent dans la solution alcaline pour former un floc d'oxydes-hydroxydes Mn^{4+} (1). L'azide est alors ajouté afin d'éliminer les interférences des nitrates éventuellement présents (qui réagiraient avec l'iodure). La solution est ensuite acidifiée et le floc de manganèse est réduit avec de l'iodure pour former du Mn^{2+} et de l'iode libre sous la forme I_3^- ($I_2 + I^-$ dans la solution, reportez-vous à l'équation 2). L'iode fait virer le surnageant transparent au brun. L'oxyde de phénylarsine (PAO) ou thiosulfate est alors utilisé pour titrer l'iode sur un point final incolore (3). (Vous pouvez ajouter une solution témoin d'amidon pour conforter la détermination du point final et faire virer la couleur du bleu foncé à l'incolore.) L'oxygène dissous de l'échantillon est ensuite calculé à partir de la quantité d'agent de titrage utilisée.

(1) $2Mn^{2+} + O_2 + 4OH^- \longrightarrow 2MnO(OH)_2$

(2) $MnO(OH)_2 + 6I^- + 4H^+ \longrightarrow Mn^{2+} + 2I_3^- + 3H_2O$

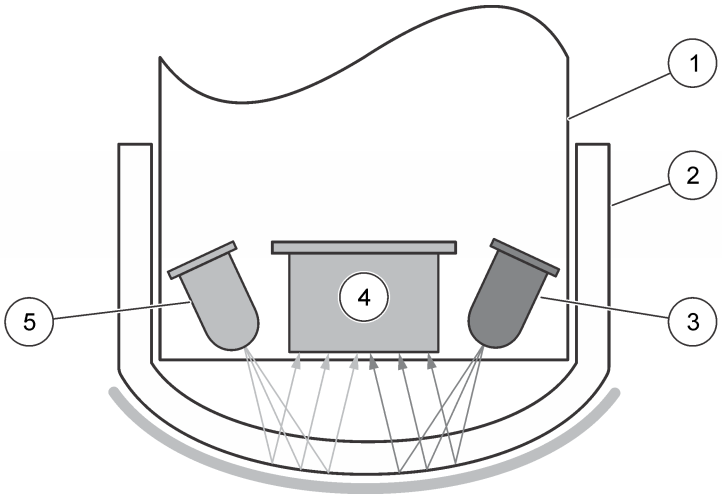
(3) $2H_2O + I_3^- +$  $+ 2HI + I^-$ 

Mesure de l'oxygène dissous par luminescence (LDO)

La technique reposant sur un capteur de luminescence mesure les caractéristiques d'émission de la lumière provenant d'une réaction par luminescence au niveau de l'interface entre le capteur et l'eau. Une diode électroluminescente (DEL) fournit la lumière nécessaire pour exciter le substrat luminophore (Figure 1). La réaction est

supprimée en présence d'oxygène dissous. La durée de vie du luminophore ainsi excité est évaluée et mise en relation avec l'oxygène dissous.

Figure 1 Sonde LDO



1 Sonde	**4** Photodiode
2 Capteur	**5** DEL
3 DEL	

Oxygène dissous

Le Tableau 1 indique la valeur en mg/l d'oxygène dissous dans l'eau à la saturation indiquée en fonction de différentes températures et pressions atmosphériques. Le tableau a été formulé en laboratoire avec de l'eau pure. Les valeurs données sont uniquement des approximations et ont pour objectif de vous aider à estimer la teneur en oxygène d'une eau en surface.

Tableau 1 Saturation de l'oxygène dissous dans l'eau (mg/l)

Température		Pression en Hg							
°F	°C	775 mm (30,51 po)	760 mm (29,92 po)	750 mm (29,53 po)	725 mm (28,45 po)	700 mm (27,56 po)	675 mm (26,57 po)	650 mm (25,59 po)	625 mm (24,61 po)
32	0	14,9	14,6	14,4	13,9	13,5	12,9	12,5	12
33,8	1	14,5	14,2	14,1	13,6	13,1	12,6	12,2	11,7
35,6	2	14,1	13,8	13,7	13,2	12,9	12,3	11,8	11,4
37,4	3	13,8	13,5	13,3	12,9	12,4	12	11,5	11,1
39,2	4	13,4	13,1	13	12,5	12,1	11,7	11,2	10,8
41	5	13,2	12,8	12,6	12,2	11,8	11,4	10,9	10,5
42,8	6	12,7	12,4	12,3	11,9	11,5	11,1	10,7	10,3
44,6	7	12,4	12,1	12	11,6	11,2	10,8	10,4	10
46,4	8	12,1	11,8	11,7	11,3	10,9	10,5	10,1	9,8
48,2	9	11,8	11,6	11,5	11,1	10,7	10,3	9,9	9,5
50	10	11,6	11,3	11,2	10,8	10,4	10,1	9,7	9,3
51,8	11	11,3	11	10,9	10,6	10,2	9,8	9,5	9,1
53,6	12	11,1	10,8	10,7	10,3	10	9,6	9,2	8,9
55,4	13	10,8	10,5	10,5	10,1	9,8	9,4	9,1	8,7
57,2	14	10,6	10,3	10,2	9,9	9,5	9,2	8,9	8,5

Tableau 1 Saturation de l'oxygène dissous dans l'eau (mg/l) (suite)

Température		Pression en Hg							
°F	°C	775 mm (30,51 po)	760 mm (29,92 po)	750 mm (29,53 po)	725 mm (28,45 po)	700 mm (27,56 po)	675 mm (26,57 po)	650 mm (25,59 po)	625 mm (24,61 po)
59	15	10,4	10,1	10	9,7	9,3	9	8,7	8,3
60,8	16	10,1	9,9	9,8	9,5	9,1	8,8	8,5	8,1
62,6	17	9,9	9,7	9,6	9,3	9	8,6	8,3	8
64,4	18	9,7	9,5	9,4	9,1	8,8	8,4	8,1	7,8
66,2	19	9,5	9,3	9,2	8,9	8,6	8,3	8	7,6
68	20	9,3	9,1	9,1	8,7	8,4	8,1	7,8	7,5
69,8	21	9,2	8,9	8,9	8,6	8,3	8	7,7	7,4
71,6	22	9	8,7	8,7	8,4	8,1	7,8	7,5	7,2
73,4	23	8,8	8,6	8,5	8,2	8	7,7	7,4	7,1
75,2	24	8,7	8,4	8,4	8,1	7,8	7,5	7,2	7
77	25	8,5	8,3	8,3	8	7,7	7,4	7,1	6,8
78,8	26	8,4	8,1	8,1	7,8	7,6	7,3	7	6,7
80,6	27	8,2	8	8	7,7	7,4	7,1	6,9	6,6
82,4	28	8,1	7,8	7,8	7,6	7,3	7	6,7	6,5
84,2	29	7,9	7,7	7,7	7,4	7,2	6,9	6,6	6,4
86	30	7,8	7,6	7,6	7,3	7	6,8	6,5	6,2
87,8	31	7,7	7,4	7,4	7,2	6,9	6,7	6,4	6,1
89,6	32	7,6	7,3	7,3	7	6,8	6,6	6,3	6
91,4	33	7,4	7,2	7,2	6,9	6,7	6,4	6,2	5,9
93,2	34	7,3	7,1	7,1	6,8	6,6	6,3	6,1	5,8
95	35	7,2	7	7	6,7	6,5	6,2	6	5,7
96,8	36	7,1	6,8	6,9	6,6	6,4	6,1	5,9	5,6
98,6	37	7	6,7	6,7	6,5	6,3	6	5,8	5,6
100,4	38	6,9	6,6	6,6	6,4	6,2	5,9	5,7	5,5
102,2	39	6,8	6,5	6,5	6,3	6,1	5,8	5,6	5,4
104	40	6,7	6,4	6,4	6,2	6	5,7	5,5	5,3
105,8	41	6,6	6,3	6,3	6,1	5,9	5,6	5,4	5,2
107,6	42	6,5	6,2	6,2	6	5,8	5,6	5,3	5,1
109,4	43	6,4	6,1	6,1	5,9	5,7	5,5	5,2	5
111,2	44	6,3	6	6	5,8	5,6	5,4	5,2	4,9
113	45	6,2	5,9	5,9	5,7	5,5	5,3	5,1	4,8
114,8	46	6,1	5,8	5,9	5,6	5,4	5,2	5,4	4,8
116,6	47	6	5,7	5,8	5,6	5,3	5,1	4,8	4,7
118,4	48	5,9	5,7	5,7	5,5	5,3	5	4,8	4,6
120,2	49	5,8	5,6	5,6	5,4	5,2	5	4,7	4,5
122	50	5,7	5,5	5,5	5,3	5,1	4,9	4,7	4,4

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Réducteurs d'oxygène

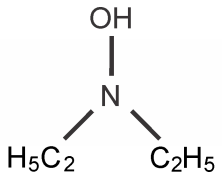
Méthode par réduction au fer (DEHA)

Pour l'eau

Introduction

La diéthylhydroxylamine (DEHA) est utilisée en tant que réducteur d'oxygène afin de réduire la corrosion dans les chaudières. Elle intervient également dans les procédés photographiques et la fabrication de certains composants en silicium. Les méthodes analytiques de contrôle des concentrations de DEHA sont notoirement complexes et très difficiles à mettre en œuvre sur site. Hach a développé une méthode d'analyse relativement simple, qui peut être appliquée aussi bien en laboratoire que sur le terrain. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Structure chimique de la N,N-diéthylhydroxylamine (DEHA)



Réactions chimiques

La DEHA réagit de façon quantitative avec le Fe^{3+} (fer ferrique) et le réduit en Fe^{2+} (fer ferreux). Le Fe^{2+} peut ensuite être identifié avec le FerroZine™, un témoin sensible au fer ferreux.

Un tampon à un pH optimal de 2,9–3,0 favorise le développement de la couleur. Les meilleurs résultats s'obtiennent avec un échantillon à une température de 25 °C (77 °F) et lorsque le temps de réaction est de 10 minutes dans le noir. Tous les produits chimiques nécessaires à cette procédure sont disponibles sous la forme de deux réactifs. Les sachets de poudre de réactif DEHA 1 apportent le tampon et le témoin FerroZine. Le réactif DEHA 2 est une formulation liquide contenant une source de Fe^{3+} pour la réaction. Vous trouverez une explication de la réaction entre le FerroZine et le Fe^{2+} dans la section relative à la méthode FerroZine pour le fer.

Cette méthode s'applique également aux autres réducteurs d'oxygène, tels que l'hydroquinone, l'acide érythorbique (acide iso-ascorbique) méthyléthylcétoxime et carbohydrazide, en appliquant le facteur de conversion adapté.

pH

Introduction

Le pH mesure l'activité de l'ion d'hydrogène dans une solution et est défini de la façon suivante :

$-\log_{10} {}^{H+}$ où $^{H+}$ correspond à l'activité de l'ion d'hydrogène. Dans la pratique, cela signifie qu'à pH 0, la concentration d'ions d'hydrogène est 1 x 10^{14} fois supérieure qu'à pH 14. Cela signifie également que la concentration d'ions d'hydroxyle à pH 14 est 1 x 10^{14} fois supérieure qu'à pH 0. Lorsque les ions d'hydrogène et d'hydroxyle sont présents en nombre égal (point neutre), le pH est de 7. Les valeurs de pH 0 à pH 7 sont qualifiées d'acides, tandis que celles allant de pH 7 à pH 14 sont dites basiques. Il est important de noter qu'un changement de pH d'une unité (par exemple, de pH 6 à pH 7) recouvre en réalité un changement de facteur 10 (différence décadaire) de la concentration d'ions d'hydrogène.

L'électrode de pH utilisée pour la mesure du pH consiste en une demi-cellule en verre de détection couplée à une demi-cellule de référence. Ces deux demi-cellules forment le système d'électrode. La demi-cellule de détection est une membrane fine en verre sensible au pH qui sépare les deux solutions. La solution externe est l'échantillon à analyser. La solution interne est prise dans la membrane en verre et a un pH connu. Un potentiel électrique est développé sur la surface interne de la membrane en verre contenant la solution interne et reste constant. Un autre potentiel électrique est développé sur la surface extérieure de la membrane en verre en contact avec l'échantillon. Ce potentiel varie en fonction du pH de l'échantillon. La variation est linéaire lorsque la température est constante. Le changement de potentiel par unité de pH est appelé « pente d'électrode ».

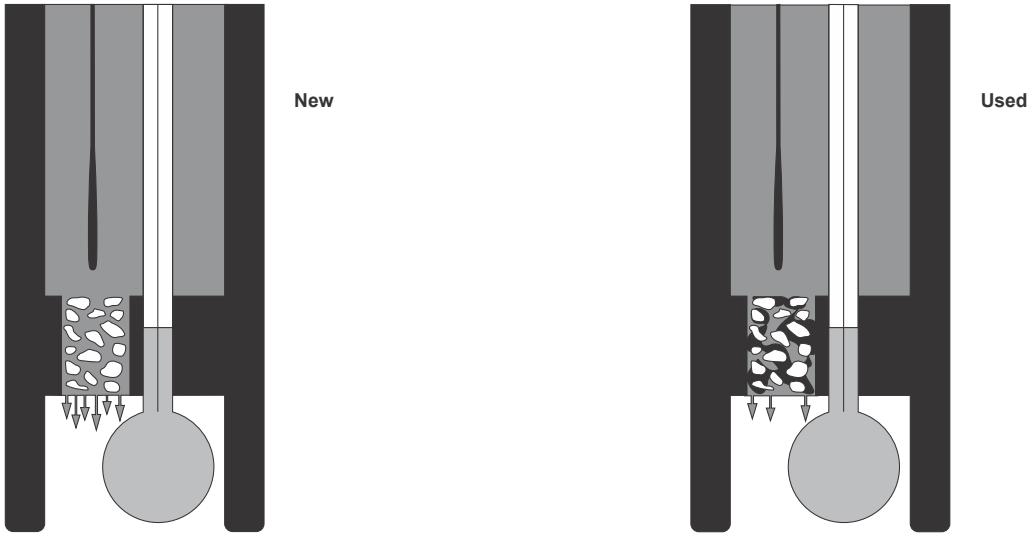
Une deuxième demi-cellule, ou demi-cellule de référence, en contact avec la solution d'échantillon a un potentiel constant. Par conséquent, toutes les modifications du potentiel du système d'électrode à une température donnée seront imputables aux modifications du pH de la solution d'échantillon. Les demi-cellules de détection et de référence peuvent être contenues dans deux électrodes différentes, ou encore être réunies dans une électrode « combinée ». Reportez-vous à la section Figure 2 à la page 55.

L'impact de la température sur les mesures de pH dépend de l'électrode de référence utilisée, du pH de la solution dans l'électrode de pH et du pH de la solution à analyser. A un certain pH, la température n'aura aucun effet sur le potentiel du système d'électrode. Il s'agit du « point isopotentiel ». D'autre part, à un niveau de pH donné, le système indique 0 millivolt. Il s'agit dans ce cas du « point de potentiel zéro ». Les points isopotentiel et de potentiel zéro correspondent à des fonctionnalités intégrées des électrodes. Les électrodes Hach sont conçues de sorte que ces points correspondent au pH 7. Cela réduit au minimum l'impact de la température pour la majorité des échantillons types.

Conception conventionnelle à électrode

Le joint poreux d'une demi-cuve de référence conventionnelle est composé de céramique ou de fibre. Avec le temps, ce joint tend à devenir contaminé par du chlorure d'argent ou autres contaminants, ce qui génère des variations considérables du potentiel de référence. D'autre part, la solution de référence peut être contaminée ou diluée du fait de la rétrodiffusion de l'échantillon dans le joint. Certains contaminants risquent de s'immiscer dans le joint. Les joints encombrés ou salis peuvent générer des imprécisions, ainsi que des mesures inexactes, parasitées, erratiques et lentes du pH. Les performances des joints poreux conventionnels se réduisent au fil du temps, du fait de l'accumulation de contaminants. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Electrode combinée conventionnelle

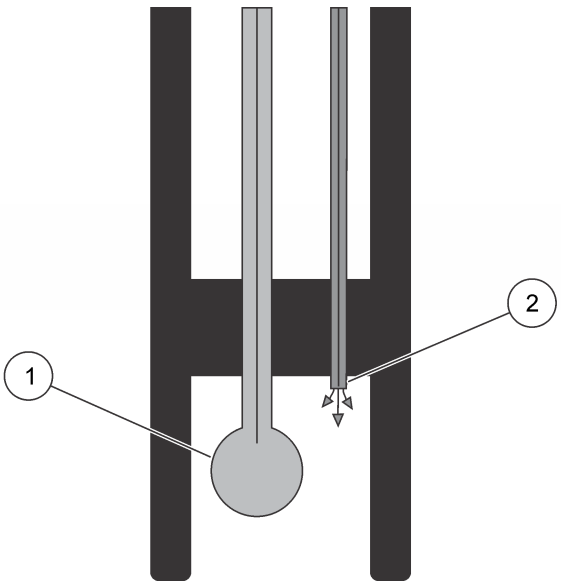


Electrode de platine

Les électrodes de platine résolvent le problème d'accumulation en s'appuyant sur un joint liquide renouvelé constamment, également appelé joint à diffusion libre (FDJ, free diffusion junction). Reportez-vous à la section Figure 2. Ainsi, il n'y a plus de pièce en céramique ou fibre risquant d'être contaminée, ce qui permet d'allonger la durée de vie de l'électrode. Le joint à diffusion libre apporte notamment une réponse plus rapide et plus stable par rapport aux électrodes conventionnelles (Figure 1 à la page 55). La Figure 4 illustre l'exactitude de l'électrode de platine. La Figure 3 illustre la stabilité de l'électrode de platine.

Enfin, la Figure 5 illustre la variation de l'électrode de platine et d'une électrode conventionnelle. Les résultats de l'électrode de platine sont reproductibles.

Figure 2 Electrode de platine mixte

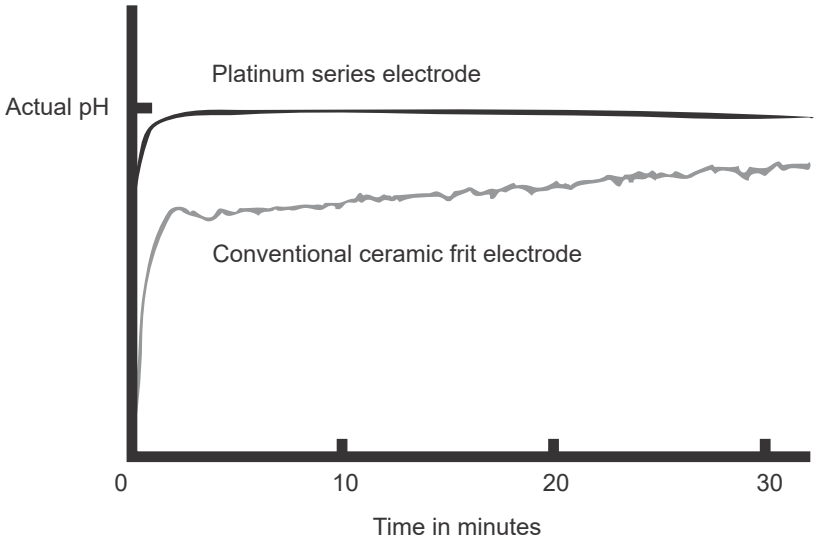


1 Demi-cellule de mesure du pH	**2** Joint de référence libre avec élément de référence

Remarque : *la conception du joint de référence libre évite les contaminations. Toutes les mesures sont rapides, précises et stables quel que soit l'âge de l'électrode.*

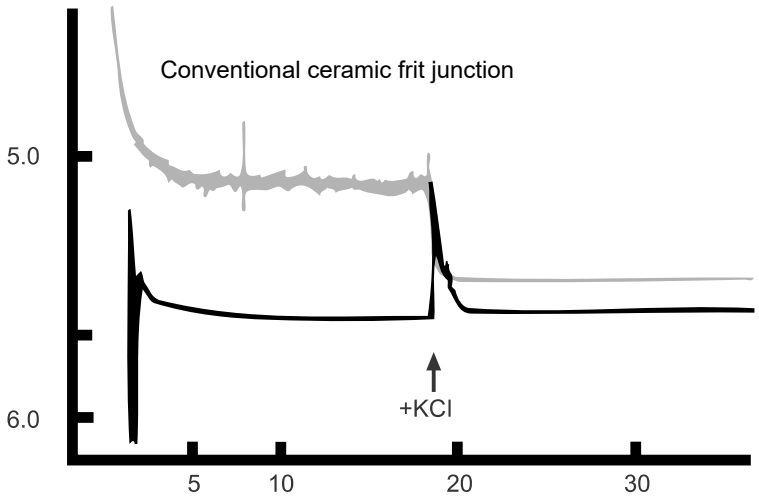
L'électrode de platine apporte des résultats stables en une minute dans cet échantillon d'eau désionisée. Les électrodes conventionnelles avec un joint en céramique frittée sont lentes et sujettes à des parasitages. Reportez-vous à la section Figure 3.

Figure 3 Temps de réponse et écarts des électrodes de platine et conventionnelles



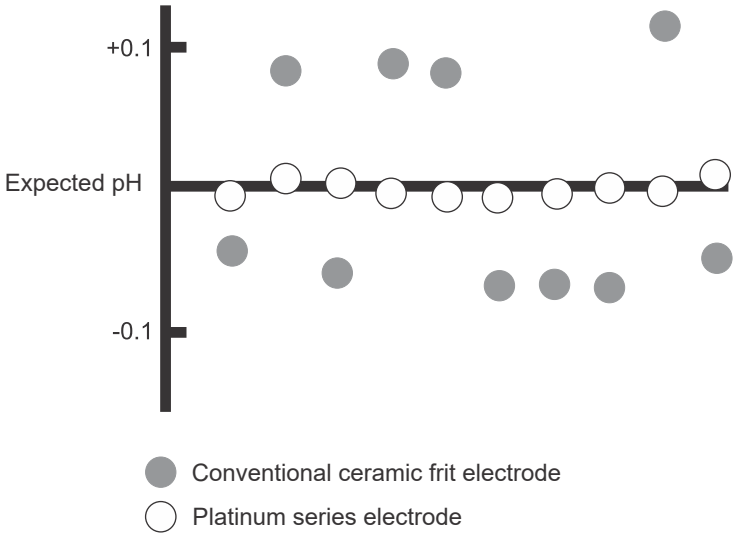
La mesure initiale du pH obtenue avec un joint de référence conventionnel pour un échantillon d'eau désionisée n'était pas correcte et s'est écartée de 0,36 unité de pH lorsque la force ionique de l'échantillon a été augmentée par l'addition de 50 mg de KCl ultrapur. La même électrode avec une électrode de platine de référence a donné une stabilité et une précision significativement meilleures.

Figure 4 Précision des électrodes de platine et conventionnelles



Les résultats des systèmes pH de platine (noirs) sont reproductibles à chaque fois. L'électrode conventionnelle (grise) présente des écarts considérables d'une mesure à l'autre.

Figure 5 Comparaison de la reproductibilité des électrodes de platine et conventionnelles



Phosphonates

Méthode par oxydation photochimique sous ultraviolet

Pour l'eau

Introduction

Les phosphonates sont utilisés en tant qu'additifs chimiques et fonctionnent en tant qu'inhibiteurs d'entartrage par effet de seuil, inhibiteurs de corrosion, agents chélateurs, conditionneurs de boues, défloculants, dispersants et modificateurs de croissance des cristaux lors de différents processus de traitement des eaux industrielles. Ils sont utilisés principalement en tant que traitement préventif de la calcification et de la corrosion des chaudières et tours de refroidissement. Les phosphonates existent sous différentes formulations, en tant qu'acides ou sels, et sont vendus sous la forme de solutions concentrées.

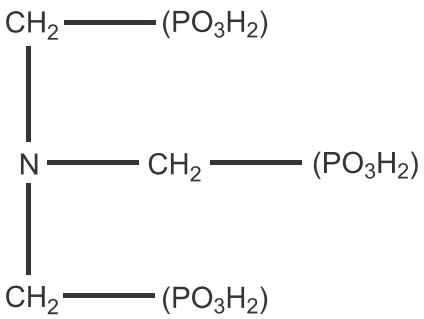
Jusqu'à présent, les méthodes d'analyse des phosphonates étaient difficiles, longues et sujettes à de nombreuses interférences. La méthode par oxydation photochimique sous ultraviolet (UV) implique l'oxydation photochimique du phosphonate, suivie de la détermination colorimétrique conventionnelle de l'orthophosphate libéré par la méthode à l'acide ascorbique. La méthode par oxydation photochimique sous ultraviolet est rapide, facile à mettre en œuvre, relativement peu sujette aux interférences et adaptée aussi bien aux situations de terrain que de laboratoire.

Réactions chimiques

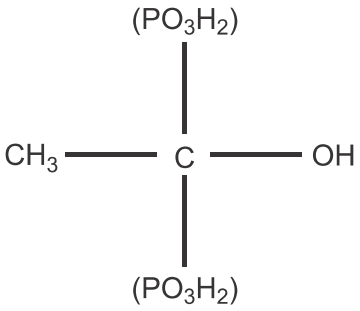
Les acides phosphoniques sont des composés organiques ayant la forme R-PO_3H_2. Les structures de deux produits chimiques utilisés généralement pour le traitement sont indiquées ci-dessous. Le groupe d'acides phosphoniques est entre parenthèses. Les phosphonates sont les anions formés par l'ionisation d'un ou plusieurs hydrogènes acides. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Structures chimiques de deux acides phosphoniques communs

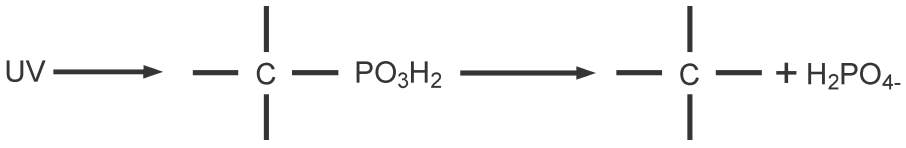
Aminotri-
(methylene phosphonic acid)



Hydroxyethylene
diphosphonic acid



La décomposition de ces composés par oxydation libère le phosphate à liaison organique sous la forme d'orthophosphate. L'action conjointe des rayons UV et de l'oxygène libère l'orthophosphate rapidement, sans faire intervenir de la chaleur ou des agents corrosifs. Une fois la photo-oxydation terminée en l'absence d'acide, aucun niveau significatif de dépolymérisation ou hydrolyse de phosphates condensés (pyro, méta ou poly) ne se produit. Cette méthode est donc particulièrement adaptée à l'identification de phosphate organique. La présence d'oxygène en excès se fait en ajoutant une petite quantité de persulfate de potassium. Dans cet environnement riche en oxygène, la lumière ultraviolette catalyse rapidement l'oxydation de la liaison C-P du phosphonate.



L'orthophosphate ainsi formé peut être déterminé par colorimétrie avec la méthode à l'acide ascorbique. Les réactifs de la méthode à l'acide ascorbique pour l'orthophosphate ont été réunis dans une seule poudre de réactif, PhosVer™ 3. La détermination de l'orthophosphate avec PhosVer 3 est décrite dans les méthodes relatives au phosphore.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Phosphore

Méthodes à l'acide aminé, à l'acide ascorbique et au molybdovanadate

Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer

Introduction

Le phosphore est présent dans les eaux naturelles et les eaux résiduaires quasiment exclusivement sous forme de phosphates. Les phosphates peuvent provenir de ruissellements agricoles sous forme de déchets biologiques et industriels. Ils peuvent également être introduits dans les systèmes publics et industriels de traitement des eaux afin d'en limiter la corrosion. Une quantité limitée de phosphate est essentielle pour la plupart des plantes et des animaux, mais l'excès de phosphate dans l'eau risque de contribuer à l'eutrophisation, surtout en présence de fortes quantités d'azote.

Le phosphore peut être classé en tant qu'orthophosphate, phosphate condensé ou phosphate à liaison organique. Les phosphates condensés sont formés en déshydratant le radical orthophosphate et en incluant du métaphosphate, du pyrophosphate et du polyphosphate. La seule forme de phosphate identifiable directement est l'orthophosphate. Les autres formes nécessitent un prétraitement afin de les convertir en orthophosphate en vue de l'analyse. En l'absence de prétraitement, les analyses de phosphate déterminent le phosphore réactif. Le phosphore réactif permet de mesurer l'orthophosphate, ainsi que la petite partie de phosphate condensé qui a pu être hydrolysée pendant l'analyse.

Hach propose des solutions d'analyse en gammes haute et basse pour le phosphore réactif. Les analyses en gamme haute peuvent se faire aussi bien avec la méthode à l'acide aminé qu'au molybdovanadate. La méthode au molybdovanadate repose sur un réactif unique et réagit plus rapidement que la méthode à l'acide aminé. Les deux méthodes couvrent une large gamme et sont à l'abri de la plupart des interférences. Les analyses en gamme basse utilisent la méthode à l'acide ascorbique.

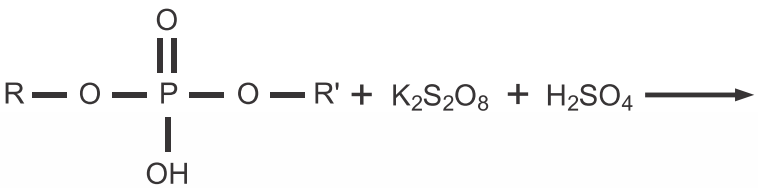
Les phosphates condensés et l'orthophosphate peuvent être identifiés au moyen d'une hydrolyse acide avec de l'acide sulfurique, suivie de l'analyse au phosphore réactif dans la gamme visée. Une petite quantité de phosphore à liaison organique sera incluse dans cette mesure. Les résultats de l'analyse sont reportés en tant que phosphore hydrolysable à l'acide. Le phosphore total (orthophosphate, condensé et à liaison organique) peut être identifié par oxydation acide avec du persulfate, suivie de l'analyse du phosphore réactif. Le phosphate à liaison organique peut être identifié par la soustraction du phosphore hydrolysable à l'acide.

Réactions chimiques

Etapes de prétraitement

Les réactions en vue du prétraitement pour déterminer l'acide hydrolysable et le phosphore total sont indiquées dans la Figure 1. R et R' représentent différents groupes organiques.

Figure 1 Exemples d'oxydation au persulfate de potassium du phosphore à liaison organique



$H_3PO_4 + 2K^+ + 3SO_4^{2-}$ + Various organic fragments

Méthodes à l'acide aminé et acide ascorbique

Le phosphore réactif est identifié en deux étapes majeures par la méthode à l'acide ascorbique (gamme basse) ou acide aminé (gamme haute). La première étape implique

la réaction de l'orthophosphate avec du molybdate dans une solution acide, ce qui forme un complexe phosphomolybdate de couleur jaune :

$12MoO_3 + H_2PO_4^- \rightarrow (H_2PMo_{12}O_{40})^-$

Le complexe phosphomolybdate est ensuite réduit soit par un acide aminé, soit par un acide ascorbique, ce qui donne une forme caractéristique du bleu de molybdène. Différentes structures de formes de bleu de molybdène ont été proposées dans différents documents de référence. Par exemple, consultez l'ouvrage de Killeffer, D. H., *Molybdenum Compounds-Their Chemistry and Technology*, Interscience Publishers, 1952.

L'ensemble des réactifs pour la méthode à l'acide ascorbique sont réunis dans les sachets de poudre de réactif PhosVer™ 3. Les réactifs pour la méthode à l'acide aminé sont présents dans deux solutions, une de réactif acide aminé et l'autre de réactif molybdate.

Méthode au molybdovanadate

Le phosphore réactif se combine avec le molybdate dans un milieu acide pour former un complexe phosphomolybdate. Le vanadium, présent dans le réactif vanadomolybdique, réagit avec le complexe pour former un acide vanadomolybdophosphorique. L'intensité de la couleur jaune résultante est proportionnelle à la concentration de phosphore réactif. Une formule du complexe est proposée ci-dessous. La structure exacte est inconnue.

$[PO_4 \times VO_3 \times 16MoO_3]^{4-}$

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

Silice

Méthode au silicomolybdate/bleu hétéropoly

Pour l'eau et l'eau de mer

Introduction

Le silicium est le deuxième élément le plus abondant dans la nature. Par conséquent, il n'est pas surprenant que la plupart des étendues d'eau contiennent des composés de silicium, généralement sous forme de silice (SiO_2) ou de silicates (SiO_4^{4-} et SiO_3^{2-}). Les concentrations de silice dans l'eau sont généralement inférieures à 30 mg/l, même si des concentrations supérieures à 100 mg/l ne sont pas rares. Des concentrations supérieures à 1 000 mg/l sont possibles dans de l'eau de mer ou saumâtre.

La silice et les silicates ajoutés à l'eau proviennent de différentes sources : adoucissants, détergents et inhibiteurs de corrosion. Cependant, la présence de silice dans l'eau peut poser des problèmes graves aux industries, notamment pour les chaudières et les turbines. Les fortes pressions et températures élevées entraînent des dépôts de silice qui se fixent sur les tuyaux des chaudières et les échangeurs thermiques. Ces dépôts vitreux nuisent au transfert de chaleur et peuvent être source de pannes. Les dépôts de silice sur les pales de turbines à vapeur réduisent leur efficacité et imposent des temps d'arrêt coûteux pour leur nettoyage. Le niveau de silice doit être maintenu en dessous de 0,005 mg/l dans les applications à très haute pression.

La mesure du taux de silice dans l'eau est utile pour assurer le suivi de l'efficacité des déminéralisateurs. La détermination de la silice (l'une des premières impuretés détectées une fois la capacité d'échange d'un déminéralisateur épuisée) permet de mesurer les performances d'un déminéralisateur.

Les techniques analytiques pour la silice incluent la méthode au silicomolybdate pour la mesure en gamme haute et la méthode au bleu hétéropoly pour les mesures en gamme basse. La méthode au bleu hétéropoly est une extension de la méthode au silicomolybdate qui permet de renforcer la sensibilité.

Réactions chimiques

Gammes haute et basse

La méthode au silicomolybdate implique la réaction des ions de molybdate avec la silice et le phosphate dans un milieu acide pour former une couleur jaune. De l'acide citrique est ajouté pour détruire le complexe d'acide phosphomolybdique (la couleur jaune formée en réaction au phosphate), mais pas le complexe d'acide silicomolybdique. Pour les grandes quantités de silice, la couleur jaune restante est suffisamment intense pour être lue directement. Pour les concentrations faibles, un agent réducteur à l'acide amino-naphthol-sulfonique est utilisé pour convertir la couleur jaune pâle en une forme bleue hétéropoly. L'intensité de la couleur développée est directement proportionnelle à la quantité de silice présente dans l'échantillon d'origine. Une mesure colorimétrique de cette intensité apporte un moyen précis d'identifier la concentration de silice. Certaines formes de silice (généralement polymères) ne réagissent pas avec le molybdate d'ammonium et doivent être minéralisées avec du bicarbonate de sodium pour être converties en une forme réactive.

L'acide silicique réagit avec l'eau et s'hydrate de la façon suivante :

$$H_2SiO_3 + 3H_2O \rightarrow H_8SiO_6$$

L'acide silicique hydraté réagit avec le molybdate en présence d'acides pour former l'acide silicomolybdique.

$$H_8SiO_6 + 12(NH_4)_2MoO_4 + 12H_2SO_4 \rightarrow H_8[Si(Mo_2O_7)_6] + 12(NH_4)_2SO_4 + 12H_2O$$

L'acide silicomolybdique est ensuite réduit en une couleur bleue (forme hétéropoly) par un acide amino-naphthol-sulfonique pour les faibles concentrations.

Sulfate

Méthode turbidimétrique

Pour l'eau, l'eau de mer et l'eau de champs pétrolifères

Introduction

Le sulfate est présent dans les eaux naturelles à des concentrations très variables. L'eau provenant des mines ou contenant des effluents industriels contient souvent de fortes quantités de sulfate en raison de l'oxydation de la pyrite et de l'utilisation d'acide sulfurique.

En raison de l'action cathartique du sulfate, un seuil de contamination secondaire a été établi par l'USEPA conformément à la loi américaine sur l'eau potable, le « Safe Drinking Water Act ». Le seuil de goût du sulfate de magnésium est de 400 à 600 mg/l, tandis que pour le sulfate de calcium il est de 250 à 800 mg/l. Le sulfate peut avoir un impact positif ou négatif sur les eaux utilisées à des fins de fabrication ou domestiques. La présence de sulfate est bénéfique pour créer différents parfums dans les brasseries. Dans les systèmes domestiques d'alimentation en eau, les sulfates n'aggravent pas la corrosion des tuyauteries en cuivre, mais des concentrations supérieures à 200 mg/l augmentent la quantité de plomb dissous provenant des canalisations en plomb.

La détermination du sulfate est importante dans les champs pétrolifères, dans la mesure où plusieurs sources d'eau sont généralement croisées. Les fortes concentrations de sulfate, ainsi que de baryum, calcium et strontium, risquent de former des dépôts insolubles.

La procédure de détermination du sulfate est une modification de la méthode turbidimétrique pour sulfate de baryum. Un seul réactif en poudre sèche pour le sulfate, SulfaVer™ 4, crée un précipité laiteux en présence de sulfate. L'intensité de la turbidité est proportionnelle à la quantité de sulfate présent.

Réactions chimiques

Le sulfate est déterminé par une précipitation quantitative avec du chlorure de baryum. Dans la mesure où l'intensité de la turbidité du sulfate de baryum est proportionnelle à la quantité de sulfate dans l'échantillon, une mesure photométrique permet de déterminer avec précision la concentration de sulfate.

$Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO_4 \downarrow$

Sulfure

Méthode au bleu de méthylène

Pour l'eau, les eaux résiduaires et l'eau de mer

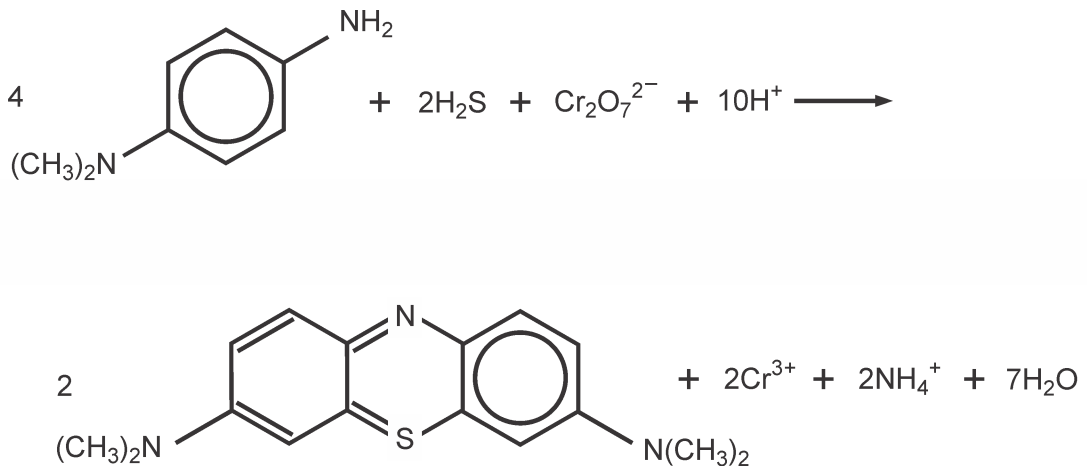
Introduction

Le sulfure est un dérivé toxique résultant de la décomposition anaérobie des matières organiques et est généralement présent dans les eaux résiduaires d'égouts et industrielles. Le sulfure peut être présent sous la forme d'ion de sulfure libre (S^{2-}) ou de sulfure d'hydrogène dissous (H_2S et HS^-). La toxicité du sulfure d'hydrogène est comparable à celle du cyanure d'hydrogène. Toutefois, son odeur agressive est détectable longtemps avant l'inhalation d'un seuil toxique. Toutefois, à de fortes concentrations, le sulfure d'hydrogène inhibe l'odorat, ce qui crée un danger réel d'exposition à un seuil toxique.

Réactions chimiques

L'analyse du sulfure repose sur la capacité du sulfure d'hydrogène et des sulfures métalliques solubles dans l'acide à convertir le N,N-diméthyl-p-phénylènediamine directement en bleu de méthylène en présence d'un agent oxydant doux (dichromate de potassium). L'intensité de la couleur du bleu de méthylène est directement proportionnelle à la quantité de sulfure présent dans l'échantillon d'origine. Une mesure colorimétrique de cette intensité permet d'identifier précisément la concentration de sulfure. Tous les agents réactifs nécessaires sont contenus dans les réactifs 1 et 2 pour sulfure. Reportez-vous à la section Figure 1.

Figure 1 Réaction chimique pour le sulfure d'hydrogène avec la méthode au bleu de méthylène



Turbidité

Introduction et définition

La turbidité, une caractéristique qualitative liée aux particules qui bloquent le trajet de la lumière dans un échantillon d'eau, est un révélateur important de la qualité de l'eau. La turbidité peut être interprétée comme une mesure relative de la clarté de l'eau et révèle souvent la présence de particules dispersées en suspension ; des particules qui ne sont pas véritablement en solution, telles que le limon, l'argile, des algues et d'autres micro-organismes, des matières organiques et d'autres petites particules. La turbidité n'est pas une mesure directe des particules suspendues dans l'eau, mais une mesure de l'effet de dispersion que ces particules ont sur la lumière.

La tolérance de ces particules en suspension varie considérablement, ainsi que les niveaux généralement constatés. Les eaux de refroidissement industrielles, par exemple, peuvent tolérer des niveaux relativement élevés de particules en suspension sans problèmes significatifs. En revanche, l'eau doit être exempte d'impuretés dans les chaudières haute pression modernes. Les particules dans l'eau potable peuvent être source de proliférations de micro-organismes dangereux et réduire l'efficacité de la chloration, ce qui peut déboucher sur des risques sanitaires. Dans la plupart des systèmes d'alimentation en eau, de forts niveaux de particules en suspension sont inacceptables pour des raisons esthétiques et peuvent interférer avec les analyses chimiques et biologiques.

Théorie de diffusion de la lumière

De façon simple, la propriété optique exprimée en tant que turbidité représente l'interaction entre la lumière et les particules suspendues dans l'eau. Un faisceau de lumière dirigé reste relativement inaltéré lorsqu'il traverse de l'eau parfaitement pure, même si les molécules de ce fluide diffusent légèrement la lumière. Par conséquent, aucune solution n'est exempte de turbidité. Dans les échantillons qui contiennent des particules en suspension, le mode d'interférence entre l'échantillon et la transmission de la lumière est corrélé avec la taille, la forme et la composition des particules de la solution, ainsi qu'avec la longueur d'onde (couleur) de la lumière incidente.

Une particule fine interagit avec la lumière incidente en absorbant son énergie puis, comme si elle devenait elle-même une source de lumière, en irradiant l'énergie lumineuse dans toutes les directions. Ce rerayonnement omnidirectionnel constitue la « diffusion » de la lumière incidente. La distribution spatiale de la lumière diffusée dépend du rapport entre la taille des particules et la longueur d'onde de la lumière incidente. Les particules beaucoup plus petites que la longueur d'onde de la lumière incidente produisent une distribution quasiment symétrique de la diffusion avec des quantités de lumière approximativement égales diffusées vers l'avant et l'arrière (Figure 1).

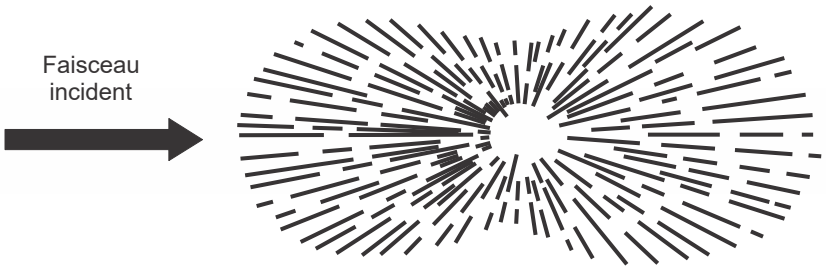
Lorsque la taille des particules augmente par rapport à la longueur d'onde, la lumière diffusée depuis différents points de la particule de l'échantillon génère des schémas d'interférence qui sont additifs vers l'avant. Cette interférence constructive produit de la lumière diffusée vers l'avant qui est d'une intensité supérieure à celle de la lumière diffusée dans les autres directions (reportez-vous à la Figure 2 et la Figure 3). En outre, les plus petites particules diffusent les longueurs d'onde plus courtes (bleu) de façon plus intense et ont peu d'effet sur les longueurs d'onde plus longues (rouge). Inversement, les particules de plus grande taille diffusent les ondes de lumière longues plus facilement que les ondes courtes.

La forme des particules et l'indice de réfraction affectent également la distribution de la diffusion et l'intensité. Les particules sphériques donnent un rapport de diffusion plus élevé de l'avant vers l'arrière que les particules enroulées ou en forme de filaments. L'indice de réfraction d'une particule mesure la redirection de la lumière passant au travers de cette particule depuis un autre milieu, tel que le fluide dans lequel elle est en suspension. L'indice de réfraction de la particule doit être différent de celui du fluide de l'échantillon pour que la diffusion se produise. Au fur et à mesure que la différence entre les indices de réfraction de la particule en suspension et le fluide qui la maintient augmente, la diffusion devient plus intense.

La couleur des solides en suspension et du fluide de l'échantillon a un impact significatif sur la détection de la lumière diffusée. Une substance de couleur absorbe l'énergie lumineuse dans certaines bandes du spectre visible, ce qui change le caractère de la lumière transmise, comme de la lumière diffusée, et empêche une certaine partie de la lumière diffusée d'atteindre le capteur.

La diffusion lumineuse s'intensifie proportionnellement à l'augmentation de la concentration de particules. Toutefois, lorsque la lumière frappe de plus en plus de particules, plusieurs diffusions se produisent et l'absorption de la lumière augmente. Lorsque la concentration de particules dépasse un certain point, les niveaux détectables de lumière diffusée et transmise se réduisent radicalement, ce qui marque la limite supérieure de turbidité mesurable. Lorsque le trajet optique de la lumière à travers l'échantillon se réduit, le nombre de particules entre la source et le capteur de lumière diminue également, ce qui repousse la limite supérieure de mesure de la turbidité.

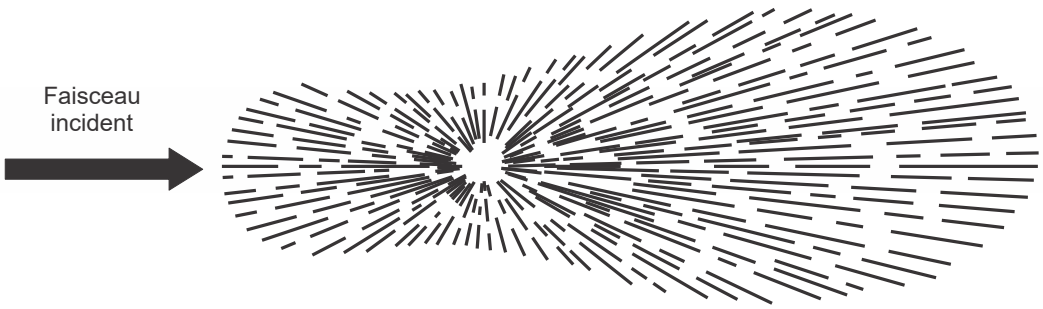
Figure 1 Effets de la taille des particules et de la longueur d'onde de la lumière (petites particules)



Taille : inférieure à 1/10 de la longueur d'onde de la lumière

Description : diffusion symétrique

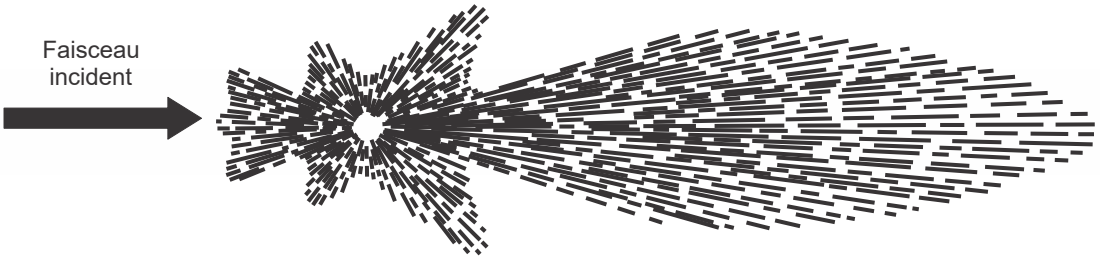
Figure 2 Effets de la taille des particules et de la longueur d'onde de la lumière (grandes particules)



Taille : inférieure à 1/4 de la longueur d'onde de la lumière

Description : diffusion concentrée vers l'avant

Figure 3 Effets de la taille des particules et de la longueur d'onde de la lumière (plus grandes particules)



Taille : supérieure à la longueur d'onde de la lumière

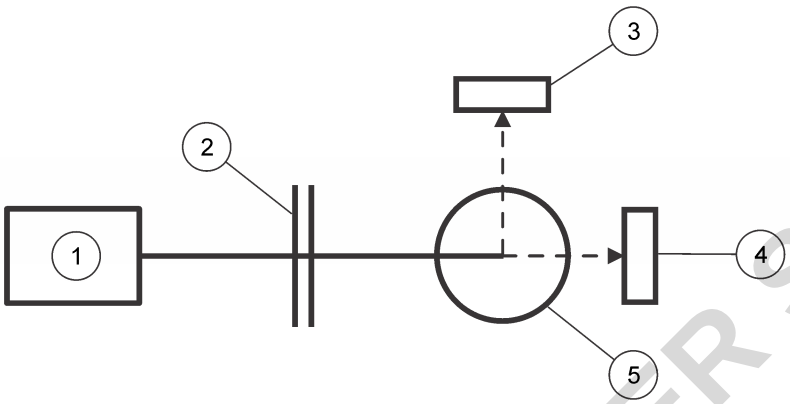
Description : concentration extrême de la diffusion vers l'avant, et développement de valeurs maximales et minimales d'intensité de diffusion aux angles les plus larges

Description générale de l'appareil

Le système optique d'un appareil comporte généralement une lampe, des lentilles et des ouvertures pour concentrer la lumière, un capteur à 90 degrés pour suivre la lumière

diffusée et en option, un capteur de diffusion de la lumière vers l'avant, un capteur de lumière transmise et un capteur de diffusion vers l'arrière. Des capteurs facultatifs peuvent être ajoutés pour réduire l'impact de la couleur, de la lumière parasite et des variabilités de la lampe et des éléments optiques (reportez-vous à la Figure 4).

Figure 4 Schéma du système optique du turbidimètre



1 Lampe	**4** Capteur de lumière transmise
2 Lentille	**5** Cuve d'échantillon
3 Capteur de 90 degrés	

Etalon primaire pour la formazine

La définition commune d'un étalon primaire en chimie est un étalon qui est préparé par l'utilisateur, en laboratoire, à partir de matériaux traçables.

La formazine répond à ces critères lorsqu'elle est préparée en pesant avec précision et en dissolvant 5,000 g de sulfate d'hydrazine et 50,0 g d'hexaméthylènetétramine dans un litre d'eau distillée. La solution développe une turbidité blanche lorsqu'elle repose à 25 °C (77 °F) sans mélange pendant 48 heures. Cette solution peut être préparée de façon répétable avec une exactitude de ±1 %. Elle est égale à 4 000 NTU. Tous les autres étalons de turbidité comportent une trace de formazine.

En raison du caractère reproductible, d'un point de vue statistique, de la diffusion néphélométrique de la lumière blanche par le polymère de formazine, les instruments dotés d'un filament traditionnel en tungstène à lumière blanche peuvent être étalonnés avec un degré très élevé d'exactitude et de répétabilité. Le caractère aléatoire des formes et tailles de particules dans les étalons de formazine entraîne une diffusion répétable sur toutes les marques et tous les modèles de turbidimètres.

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

DOMINIQUE DUTSCHER SAS

HACH COMPANY World Headquarters
P.O. Box 389, Loveland, CO 80539-0389 U.S.A.
Tel. (970) 669-3050
(800) 227-4224 (U.S.A. only)
Fax (970) 669-2932
orders@hach.com
www.hach.com

HACH LANGE GMBH
Willstätterstraße 11
D-40549 Düsseldorf, Germany
Tel. +49 (0) 2 11 52 88-320
Fax +49 (0) 2 11 52 88-210
info@hach-lange.de
www.hach-lange.de

HACH LANGE Sàrl
6, route de Compois
1222 Vésenaz
SWITZERLAND
Tel. +41 22 594 6400
Fax +41 22 594 6499



© Hach Company/Hach Lange GmbH, 2014. Tous droits réservés.