
Norme internationale



5663

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

Qualité de l'eau — Dosage de l'azote Kjeldahl — Méthode après minéralisation au sélénium

Water quality — Determination of Kjeldahl nitrogen — Method after mineralization with selenium

Première édition — 1984-05-15

ITh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5663:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bcb295f6-ad2a-4871-92be-6beeb1242799/iso-5663-1984>

CDU 543.34

Réf. n° : ISO 5663-1984 (F)

Descripteurs : eau, qualité, analyse chimique, dosage, azote, méthode de Kjeldahl, pollution de l'eau.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5663 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande
Allemagne, R.F.	Espagne	Pays-Bas
Australie	France	Pologne
Autriche	Hongrie	Roumanie
Belgique	Inde	Suède
Brésil	Iran	Suisse
Canada	Iraq	Tchécoslovaquie
Chine	Italie	Thaïlande
Corée, Rép. dém. p. de	Mexique	URSS
Danemark	Norvège	

Les comités techniques des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Japon
Royaume-Uni

Qualité de l'eau — Dosage de l'azote Kjeldahl — Méthode après minéralisation au sélénium

1 Objet et domaine d'application

1.1 Substance dosée

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de l'azote par une méthode de type Kjeldahl. Seul l'azote à l'état trivalent négatif est dosé. L'azote organique du type azide, azine, azoïque, hydrazone, nitrite, nitré, nitrosé, oxime ou semicarbazone n'est pas dosé quantitativement. L'azote des composés hétérocycles peut être incomplètement récupéré.

1.2 Type d'échantillon

La présente méthode est applicable aux eaux brutes, aux eaux potables et aux eaux résiduaires.

1.3 Étendue du dosage

Une teneur en azote Kjeldahl, ρ_N jusqu'à 10 mg dans la prise d'essai peut être déterminée. Avec une prise d'essai de 10 ml, cela correspond à une concentration d'azote dans l'échantillon de $\rho_N = 1\,000$ mg/l.

1.4 Limite de détection

La limite de détection, déterminée expérimentalement (4 degrés de liberté), avec une prise d'essai de 100 ml est $\rho_N = 1$ mg/l.

1.5 Sensibilité

Avec une prise d'essai de 100 ml, 1,0 ml d'acide chlorhydrique à 0,02 mol/l correspond à $\rho_N = 2,8$ mg/l.

2 Référence

ISO 7150/1, *Qualité de l'eau — Dosage de l'ammonium — Partie 1: Méthode spectrométrique manuelle.*

3 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

azote Kjeldahl: Azote organique et ammoniacal contenu dans l'échantillon et déterminé après minéralisation.

Il n'inclut pas les nitrates et les nitrites, ni nécessairement tout l'azote organique.

4 Principe

Minéralisation de l'échantillon pour former du sulfate d'ammonium, libération et distillation de l'ammoniac puis dosage par titrimétrie.

Transformation des composés de l'azote dosables par la méthode en sulfate d'ammonium par minéralisation de l'échantillon avec de l'acide sulfurique contenant une concentration élevée de sulfate de potassium destiné à élever le point d'ébullition du mélange, et en présence de sélénium comme catalyseur.¹⁾

Libération de l'ammoniac du sulfate d'ammonium par ajout d'une base, puis distillation dans une solution d'acide borique indicateur.

Dosage de l'ion ammonium du distillat par titrimétrie avec de l'acide titré.

Selon une variante, dosage direct de l'ion ammonium dans le minéralisé, par spectrométrie à 655 nm. (Voir chapitre 11.)

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau préparée comme indiqué en 5.1.

1) Le sélénium a été choisi comme catalyseur de préférence au mercure en raison des inquiétudes de nombreux pays vis-à-vis de la toxicité du mercure. Cependant, la toxicité du sélénium ne doit pas être négligée. Voir 11.2 pour le mode opératoire proposé pour éliminer le sélénium des résidus de minéralisation.

5.1 Eau, exempte d'ammonium, préparée par l'une des méthodes suivantes.

5.1.1 Méthode par échange d'ions

Faire passer de l'eau distillée à travers une colonne de résine fortement échangeuse de cation (forme hydrogène) et recueillir l'éluat dans une bouteille en verre munie d'un bouchon à fermeture hermétique. Pour la conservation, ajouter environ 10 g de la même résine à chaque litre d'éluat recueilli.

5.1.2 Méthode par distillation

Ajouter $0,10 \pm 0,01$ ml d'acide sulfurique concentré (5.3) à $1\ 000 \pm 10$ ml d'eau distillée et redistiller dans un appareil en verre. Après avoir éliminé les premiers 50 ml, recueillir le distillat dans une bouteille en verre munie d'un bouchon à fermeture hermétique. Ajouter environ 10 g de résine fortement échangeuse de cation (forme hydrogène) à chaque litre de distillat recueilli.

5.2 Acide chlorhydrique, $\rho = 1,18$ g/ml.

5.3 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml.

AVERTISSEMENT — Ce réactif provoque de graves brûlures.

De l'acide sulfurique de la plus grande pureté doit toujours être utilisé. Attacher une attention particulière aux spécifications du fabricant en ce qui concerne la teneur en azote.

5.4 Hydroxyde de sodium, solution à environ 500 g/l.

AVERTISSEMENT — Ce réactif provoque de graves brûlures.

Dissoudre 500 ± 20 g d'hydroxyde de sodium dans environ 800 ml d'eau. Refroidir à température ambiante et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

5.5 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) \approx 0,10$ mol/l.

Cette solution doit être préparée par dilution de l'acide chlorhydrique (5.2), puis titrée par les méthodes habituelles. Des solutions du commerce, dont la concentration est garantie, peuvent être également utilisées.

5.6 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) \approx 0,02$ mol/l.

Cette solution doit être préparée par dilution de l'acide chlorhydrique (5.2 ou 5.5) puis titrée par les méthodes habituelles. Des solutions du commerce, dont la concentration est garantie peuvent être également utilisées.

5.7 Acide borique indicateur, solution.

5.7.1 Dissoudre $0,5 \pm 0,1$ g de rouge de méthyle dans environ 800 ml d'eau et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

5.7.2 Bleu de méthylène, solution à 1,5 g/l.

Dissoudre $1,5 \pm 0,1$ g de bleu de méthylène dans environ 800 ml d'eau et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

5.7.3 Solution d'indicateur à l'acide borique.

Dissoudre 20 ± 1 g d'acide borique (H_3BO_3) dans de l'eau chaude. Amener à température ambiante. Ajouter $10,0 \pm 0,5$ ml de la solution d'indicateur au rouge de méthyle (5.7.1) et $2,0 \pm 0,1$ ml de la solution de bleu de méthylène (5.7.2) et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

5.8 Mélange catalyseur.

AVERTISSEMENT — Ce mélange est toxique. Il contient du sélénium. L'inhalation de poussières résultant de sa préparation ou de son emploi doit être évitée. Tous les résidus contenant du sélénium doivent être recueillis en vue de la récupération du sélénium (11.2) ou de dispositions de contrôle.

Mélanger soigneusement $1\ 000 \pm 20$ g de sulfate de potassium et $10,0 \pm 0,2$ g de sélénium en pastilles.

5.9 Régulateurs d'ébullition.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Fioles de minéralisation Kjeldahl, spécialement adaptées de capacité suffisante pour recevoir les prises d'essai utilisées au cours de l'analyse, et de toute façon, n'excédant pas 500 ml.

Elles devront être de préférence conçues pour pouvoir être directement rattachées à l'appareil de distillation (6.2).

6.2 Appareil de distillation, composé d'une tête de distillation anti-projections et d'un réfrigérant vertical, dont une extrémité peut être immergée dans la solution absorbante.

Si les fioles Kjeldahl (6.1) ne sont pas conçues pour être rattachées directement à l'appareil de distillation, des ballons de distillation séparés sont nécessaires.

NOTE SUR LE NETTOYAGE PRÉLIMINAIRE DE L'APPAREIL DE DISTILLATION

Effectuer l'opération suivante chaque fois que l'appareillage a été inutilisé plusieurs jours.

Introduire environ 350 ml d'eau (5.1) dans le ballon à distiller. Ajouter quelques régulateurs d'ébullition (5.11), assembler l'appareillage et distiller au moins 100 ml. Éliminer le distillat et le résidu du ballon à distiller.

7 Échantillonnage et échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés dans des bouteilles en polyéthylène ou en verre. Ils doivent être analysés dès que possible, ou conservés entre 2 et 5 °C jusqu'à l'analyse. Une acidification avec de l'acide sulfurique (5.3) à $\text{pH} < 2$ peut également être effectuée pour faciliter la conservation, sous réserve d'éviter toute contamination de l'échantillon acidifié par absorption de l'ammoniac de l'atmosphère.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Lorsque la concentration approximative en azote de l'échantillon est connue, le volume de la prise d'essai peut être choisi d'après le tableau 1.

Tableau 1 — Choix du volume de prise d'essai

Concentration en azote Kjeldahl, ρ_N mg/l	Volume de prise d'essai*, V ml
Jusqu'à 10	250
10 à 20	100
20 à 50	50
50 à 100	25

* Lorsqu'une solution titrée d'acide chlorhydrique à 0,02 mol/l (5.6) est utilisée pour le titrage.

8.2 Essai à blanc

Procéder comme décrit en 8.3, mais en utilisant environ 250 ml d'eau (5.1) au lieu de la prise d'essai. Noter le volume d'acide chlorhydrique (5.6) utilisé.

8.3 Dosage

ATTENTION — La minéralisation peut libérer du dioxyde de soufre gazeux toxique. Du sulfure d'hydrogène et/ou du cyanure d'hydrogène peut également être libéré par des échantillons pollués. La minéralisation devrait donc être effectuée sous une hotte aspirante efficace.

Introduire la prise d'essai (8.1) dans la fiole Kjeldahl (6.1) et ajouter avec une éprouvette graduée 10 ml d'acide sulfurique (5.3) et $5,0 \pm 0,5$ g du mélange catalyseur (5.8). Ajouter quelques régulateurs d'ébullition (5.9) et faire bouillir rapidement le contenu du ballon, sous une hotte aspirante. Le volume du contenu décroît au cours de l'ébullition jusqu'à apparition de fumées blanches.

Après disparition des fumées, observer régulièrement le minéralisat et lorsqu'il s'éclaircit pour devenir incolore ou légèrement brun, poursuivre le chauffage pendant 60 min. (Voir note 1.)

Après la minéralisation, laisser la fiole refroidir à température ambiante. Pendant ce temps, prélever 50 ± 5 ml d'indicateur (5.7) et les introduire dans le flacon récepteur de l'appareil de distillation (6.2). S'assurer que l'extrémité du réfrigérant est sous la surface de la solution d'acide borique.

Ajouter avec précaution 250 ± 50 ml d'eau (5.1) dans la fiole de minéralisation en même temps que quelques régulateurs d'ébullition (5.9). Avec une éprouvette graduée, ajouter 50 ml de la solution d'hydroxide de sodium (5.4) et connecter aussitôt la fiole à l'appareil de distillation. (Voir note 2.)

Chauffer le ballon à distiller de façon à collecter le distillat à un débit d'environ 10 ml/min. Arrêter la distillation lorsque 200 ml ont été recueillis. Titrer le distillat avec de la solution d'acide chlorhydrique (5.6), jusqu'au virage au rouge et noter le volume utilisé. (Voir note 3.)

NOTES

- Après évaporation totale de l'eau, la puissance de chauffe doit être suffisante pour refluer le mélange acide jusqu'à la moitié du col de la fiole. Cela indique que la température est suffisamment haute.
- Lorsque la fiole est incompatible avec l'appareil de distillation, son contenu doit être transféré en totalité dans un ballon à distiller adéquat. Ceci peut être fait aisément au moment de l'ajout de l'eau.
- La solution d'acide chlorhydrique (5.5) peut être également utilisée pour le titrage des distillats d'échantillons contenant de fortes concentrations d'azote.

9 Expression des résultats

9.1 Méthode de calcul

La concentration en azote Kjeldahl, ρ_N , exprimée en milligrammes par litre, est donnée par la formule

$$\frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c \times 14,01 \times 1\,000$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (voir 8.1);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (5.6) utilisé pour le titrage (voir 8.3);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (5.6) utilisée pour le titrage du blanc (voir 8.2);

c est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour le titrage;

14,01 est la masse atomique relative de l'azote.

Le résultat peut être exprimé en concentration en masse d'azote, ρ_N , en milligrammes par litre, ou en concentration de substance azotée, c_N , en micromoles par litre.

Pour convertir ρ_N en c_N , multiplier ρ_N par 71,4.

9.2 Répétabilité

Des écarts-types de répétabilité ont été déterminés comme indiqué dans le tableau 2.

10 Interférences

La présence de nitrates et/ou de nitrites peut être la cause d'erreurs par défaut ou par excès. Les nitrates et/ou nitrites peuvent être réduits, dans les conditions de l'essai en ammonium, conduisant à des résultats faux par excès. Les nitrates et/ou nitrites peuvent également former des sels d'ammonium avec l'ammonium présent dans l'échantillon. Ces sels peuvent se décomposer à la température de minéralisation, ce qui con-

duit à la perte d'azote gazeux et par conséquent à des résultats faux par défaut. Si la concentration des nitrates et/ou des nitrites dans l'échantillon est la cause possible d'un biais ou d'une perte de précision, une réduction en ammonium doit précéder la minéralisation.

Des résultats faux par défaut peuvent également être obtenus si le processus de minéralisation est trop prolongé. Le mode opératoire donné au chapitre 8 doit être soigneusement observé.

11 Notes sur le mode opératoire

11.1 L'ion ammonium peut être dosé directement sur le minéralisat par spectrophotométrie. Le mode opératoire suivant doit être utilisé.

Après minéralisation et refroidissement de la fiole, ajouter 50 ± 10 ml d'eau (5.1) puis 2 gouttes d'une solution aqueuse de nitrophénol-4 à 1 g/l. Ajouter alors, lentement, la solution d'hydroxyde de sodium (5.4) tout en agitant vigoureusement et en refroidissant la solution jusqu'à apparition d'une couleur jaune pâle persistante. Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique (5.3) jusqu'à disparition de la coloration. Transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter au volume avec de l'eau (5.1). Doser l'ammonium de cette solution en utilisant la méthode spectrométrique (voir ISO 7150). Les solutions d'étalonnage et l'essai à blanc doivent être préparés en suivant le mode opératoire décrit ci-dessus, car la forte concentration en sulfate de sodium de la solution minéralisée neutralisée affecte l'étalonnage de la méthode spectrométrique.

La concentration en ammonium, ρ_N , exprimée en milligrammes par litre, déterminée par spectrométrie doit être multipliée par le facteur $200/V_0$, où V_0 est le volume de la prise d'essai en millilitres (8.1), pour obtenir la concentration d'azote Kjeldahl, ρ_N , en milligrammes par litre, de l'échantillon.

11.2 Proposition de procédé d'élimination du sélénium des résidus de minéralisation

Les résidus doivent être recueillis dans un récipient en verre muni d'une inscription «Toxique». Pour l'élimination du sélénium, le contenu du récipient doit être acidifié (pH 2). Une réduction de cette solution acide avec du chlorure d'étain(II) (ajouté sous forme solide) provoque la formation d'un précipité rouge de sélénium qui peut être filtré et récupéré de façon contrôlée.

12 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence de la présente Norme internationale;
- b) l'identification précise de l'échantillon;
- c) les détails sur la conservation de l'échantillon pour laboratoire avant l'analyse;
- d) la répétabilité obtenue par le laboratoire par application de la méthode;
- e) les résultats et le mode d'expression utilisé;
- f) toute modification du mode opératoire normalisé, ou tout autre incident susceptible d'avoir agi sur le résultat.

Tableau 2 – Écarts-types de répétabilité*

Échantillon	Concentration en azote, ρ_N mg/l	Volume de prise d'essai ml	Écart-type** mg/l	Degrés de liberté
Solution d'urée	2	500	0,027	19
Solution d'urée	50	100	0,31	19
Solution d'urée	150	100	2,69	19
Eau d'égout	79***	50	0,68	19
Effluent chimique	16***	200	0,19	15
Effluent chimique	62***	100	0,48	15

* Données provenant de France.

** De l'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l a été utilisé pour tous les dosages, sauf pour la solution étalon $\rho_N = 2$ mg/l pour laquelle l'acide chlorhydrique à 0,02 mol/l a été utilisé.

*** Valeurs moyennes des dosages.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5663:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bcb295f6-ad2a-4871-92be-6beeb1242799/iso-5663-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5663:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bcb295f6-ad2a-4871-92be-6beeb1242799/iso-5663-1984>