
Norme internationale



5664

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

Qualité de l'eau — Dosage de l'ammonium — Méthode par distillation et titrimétrie

Water quality — Determination of ammonium — Distillation and titration method

Première édition — 1984-05-15

ITh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5664:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eee5817e-60e0-45c1-acac-ba1b7d3e48c4/iso-5664-1984>

CDU 543.342 : 543.24

Réf. n° : ISO 5664-1984 (F)

Descripteurs : eau, qualité, essai, dosage, ion ammonium, méthode par distillation, détermination du titre.

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 5664, a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1982.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 5664:1984](#)

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

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Allemagne, R.F.

Qualité de l'eau — Dosage de l'ammonium — Méthode par distillation et titrimétrie

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode par distillation et titrimétrie pour le dosage de l'ammonium dans les eaux brutes, les eaux potables et les eaux résiduaires.

2 Domaine d'application

2.1 Étendue du dosage

Une teneur en azote ammoniacal 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 dans l'échantillon jusqu'à $\rho_N = 1\,000$ mg/l.

2.2 Limite de détection

La limite de détection, déterminée expérimentalement (4 degrés de liberté) avec une prise d'essai de 250 ml, est $\rho_N = 0,2$ mg/l.

2.3 Sensibilité

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

2.4 Interférences

L'interférence la plus importante provient de l'urée qui, dans les conditions spécifiées distillera comme l'ammoniac, conduisant ainsi à des résultats par excès. Une interférence proviendra également des amines volatiles qui distilleront et réagiront avec l'acide au cours du titrage, conduisant ainsi à des résultats par excès. Les chloramines présentes dans les échantillons d'eau chlorée seront ainsi dosées.

3 Principe

Ajustement du pH d'une prise d'essai entre 6,0 et 7,4. Addition d'oxyde de magnésium afin d'obtenir des conditions légèrement alcalines, distillation de l'ammoniac libéré et recueilli dans une fiole réceptrice contenant une solution d'acide borique. Titrage de l'ammonium du distillat avec une solution titrée d'acide, en présence d'une solution boriquée de rouge de méthyle et de bleu de méthylène comme indicateur.

4 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau préparée comme décrit en 4.1.

4.1 Eau, exempte d'ammonium, préparée selon l'une des méthodes suivantes.

4.1.1 Méthode par échange d'ions

Faire passer de l'eau distillée dans une colonne de résine fortement acide, échangeuse de cations (forme hydrogène) et recueillir l'éluat dans une bouteille en verre munie d'un bouchon en verre rodé. Ajouter, pour chaque litre d'éluat, environ 10 g de cette même résine pour les besoins de la conservation.

4.1.2 Méthode par distillation

Ajouter $0,10 \pm 0,01$ ml d'acide sulfurique concentré ($\rho = 1,84$ g/ml) à $1\,000 \pm 10$ ml d'eau distillée et distiller à nouveau dans un appareillage entièrement en verre. Rejeter les premiers 50 ml du distillat et recueillir le reste dans une bouteille en verre munie d'un bouchon en verre rodé. Ajouter, pour chaque litre de distillat, environ 10 g d'une résine fortement acide, échangeuse de cations (forme hydrogène).

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

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

Préparer cette solution par dilution de l'acide chlorhydrique (4.2). L'étalonner selon les procédures normales d'analyse. En variante, on peut utiliser des solutions commerciales de concentration garantie.

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

Préparer cette solution par dilution de l'acide chlorhydrique (4.2). L'étalonner selon les procédures normales d'analyse. En variante, on peut utiliser des solutions commerciales de concentration garantie ou une solution diluée obtenue à partir de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.3).

4.5 Acide borique/indicateur, solution.

4.5.1 Dissoudre $0,5 \pm 0,1$ g de rouge de méthyle (soluble dans l'eau) dans environ 800 ml d'eau et diluer à 1 litre.

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

4.5.3 Dissoudre 20 ± 1 g d'acide borique (H_3BO_3) dans de l'eau chaude. Refroidir à température ambiante. Ajouter $10,0 \pm 0,5$ ml de la solution d'indicateur au rouge de méthyle (4.5.1) et $2,0 \pm 0,1$ ml de la solution d'indicateur au bleu de méthylène (4.5.2) et diluer à 1 litre avec de l'eau.

4.6 Bleu de bromothymol, solution d'indicateur à 0,5 g/l.

Dissoudre $0,5 \pm 0,02$ g de bleu de bromothymol dans de l'eau et diluer à 1 litre.

4.7 Acide chlorhydrique, solution à 1 % (V/V).

Diluer 10 ± 1 ml d'acide chlorhydrique (4.2) à 1 litre avec de l'eau.

4.8 Hydroxyde de sodium, solution à 1 mol/l.

Dissoudre 40 ± 2 g d'hydroxyde de sodium dans environ 500 ml d'eau. Refroidir à température ambiante et diluer à 1 litre.

4.9 Oxyde de magnésium pulvérulent, exempt de carbonate.

Chauffer l'oxyde de magnésium à 500 °C pour éliminer les carbonates.

4.10 Régulateurs d'ébullition.

4.11 Agent antimoissant, par exemple copeaux de cire de paraffine.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

Appareil de distillation, composé d'un ballon à distiller de 800 à 1 000 ml de capacité, relié à une tête anti-projections et à un réfrigérant vertical disposé de manière que l'orifice de sortie puisse être immergé dans la solution absorbante.

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 exempte d'ammonium (4.1) dans le ballon à distiller. Ajouter quelques régulateurs d'ébullition (4.10), assembler l'appareillage et distiller jusqu'à ce qu'au moins 100 ml d'eau aient été recueillis. Rejeter le distillat et le résidu se trouvant dans le ballon à distiller.

6 Échantillonnage et échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés dans des bouteilles en polyéthylène ou en verre. Ils doivent être analysés aussi vite que possible ou conservés entre 2 et 5 °C jusqu'à leur analyse. L'acidification avec l'acide sulfurique à $pH < 2$ peut également être appliquée pour faciliter la conservation à condition qu'une contamination de l'échantillon acidifié par absorption d'ammoniac atmosphérique soit évitée.

7 Mode opératoire

7.1 Choix du volume de la prise d'essai

Si la teneur approximative en ammonium de l'échantillon est connue, choisir le volume de la prise d'essai d'après le tableau 1.

Tableau 1

Concentration d'ammonium, ρ_N mg/l	Volume de la prise d'essai* ml
Jusqu'à 10	250
10 à 20	100
20 à 50	50
50 à 100	25

* Lorsqu'on utilise la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.4) pour le titrage.

7.2 Dosage

7.2.1 Introduire 50 ± 5 ml de la solution d'acide borique/indicateur (4.5) dans la fiole réceptrice de l'appareil de distillation. S'assurer que l'extrémité de sortie du réfrigérant se trouve au-dessous de la surface de la solution d'acide borique. Mesurer le volume choisi de prise d'essai (voir 7.1) et l'introduire dans le ballon à distiller.

NOTE — Si la prise d'essai contient du chlore, ajouter quelques cristaux de thiosulfate de sodium pour l'éliminer.

Ajouter quelques gouttes de la solution d'indicateur au bleu de bromothymol et, si nécessaire, ajuster le pH entre 6,0 (indicateur jaune) et 7,4 (indicateur bleu) en utilisant soit la solution d'hydroxyde de sodium (4.8), soit la solution d'acide chlorhydrique (4.7) selon le cas. Amener alors le volume total dans le ballon à distiller à environ 350 ml avec de l'eau exempte d'ammonium (4.1).

Ajouter, au contenu du ballon à distiller, $0,25 \pm 0,05$ g d'hydroxyde de magnésium pulvérulent (4.9) et quelques régulateurs d'ébullition (4.10). [L'adjonction d'agent antimoissant (4.11) peut être nécessaire avec certains échantillons d'eaux résiduelles.] Connecter immédiatement le ballon à distiller à l'appareillage.

7.2.2 Chauffer le ballon à distiller de manière à recueillir le distillat à un débit d'environ 10 ml/min. Arrêter la distillation lorsqu'on aura recueilli environ 200 ml.

7.2.3 Titrer le distillat jusqu'à virage au pourpre avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.4) et noter le volume utilisé.

NOTES

1 On peut utiliser la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.3) pour le titrage des distillats provenant d'échantillons ayant de fortes teneurs en ammonium.

2 L'ammoniac peut être titré à mesure qu'il distille dans la fiole réceptrice. S'il se révèle que l'on continue à obtenir de l'ammoniac, cela peut indiquer la présence de substances interférentes qui subissent une hydrolyse lente et donnent de l'ammoniac.

7.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en procédant comme décrit en 7.2, mais en remplaçant la prise d'essai par environ 250 ml d'eau exempte d'ammoniac (4.1).

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

La concentration d'azote ammoniacal, ρ_N , exprimée en milligrammes par litre, est donnée par l'équation

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

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (voir 7.1);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique, utilisé pour le titrage;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique, utilisé pour le titrage au cours de l'essai à blanc (voir 7.3);

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 tant que concentration en masse d'azote, ρ_N , ou d'ammoniac, ρ_{NH_3} , ou d'ion ammonium, $\rho_{NH_4^+}$, en milligrammes par litre; ou en tant que concentration en quantité de matière d'ion ammonium, $c(NH_4^+)$, en micromoles par litre. Les facteurs de conversion appropriés sont donnés dans le tableau 2.

Tableau 2

	ρ_N	ρ_{NH_3}	$\rho_{NH_4^+}$	$c(NH_4^+)$
	mg/l	mg/l	mg/l	$\mu\text{mol/l}$
$\rho_N = 1 \text{ mg/l}$	1	1,216	1,288	71,4
$\rho_{NH_3} = 1 \text{ mg/l}$	0,823	1	1,059	58,7
$\rho_{NH_4^+} = 1 \text{ mg/l}$	0,777	0,944	1	55,4
$c(NH_4^+) = 1 \text{ } \mu\text{mol/l}$	0,014	0,017	0,018	1

Exemple:

Une concentration d'ion ammonium $\rho_{NH_4^+} = 1 \text{ mg/l}$ correspond à une concentration d'azote $\rho_N = 0,777 \text{ mg/l}$.

ISO 5664:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e5517e-600-4511-acc-6a1b/d3e48c4/iso-5664-1984>

8.2 Reproductibilité

Les écarts-types de reproductibilité ont été déterminés comme indiqué dans le tableau 3.

Tableau 3*

Échantillon	Teneur en ammonium, ρ_N	Volume de la prise d'essai	Écart-type	Degrés de liberté
	mg/l		mg/l	
Solution étalon	4,0	250	0,23	10
Solution étalon	40	250	0,56	11
Eau usée décantée	35	100	0,70	16
Eau usée traitée	1,8	25	0,16	11

* Données provenant du Royaume-Uni.

9 Procès-verbal d'essai

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

- la référence de la présente Norme internationale;
- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- des informations détaillées concernant le stockage et la conservation de l'échantillon pour laboratoire avant l'analyse;
- l'indication de la répétabilité obtenue par le laboratoire en utilisant cette méthode;
- le résultat et le mode d'expression utilisé;
- toute modification du mode opératoire spécifié ou tout autre incident susceptible d'avoir agi sur le résultat.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5664:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eee5817e-60e0-45c1-acac-ba1b7d3e48c4/iso-5664-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5664:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eee5817e-60e0-45c1-acac-ba1b7d3e48c4/iso-5664-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5664:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eee5817e-60e0-45c1-acac-ba1b7d3e48c4/iso-5664-1984>