
Norme internationale



6777

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

Qualité de l'eau — Dosage des nitrites — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire

Water quality — Determination of nitrite — Molecular absorption spectrometric method

Première édition — 1984-08-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6777:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/10531135-72d2-487d-9471-410717bfl4f/iso-6777-1984>

CDU 543.344 : 543.42

Réf. n° : ISO 6777-1984 (F)

Descripteurs : eau, qualité, analyse chimique, dosage, nitrite, méthode spectrométrique.

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 6777 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'	Espagne	Pays-Bas
Allemagne, R. F.	France	Pologne
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Iran	Suède
Brésil	Iraq	Suisse
Canada	Italie	Tchécoslovaquie
Chine	Japon	Thaïlande
Corée, Rép. dém. p. de	Mexique	URSS
Danemark	Norvège	
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Qualité de l'eau — Dosage des nitrites — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire pour le dosage des nitrites dans les eaux potables, les eaux brutes et les eaux résiduaires.

2 Domaine d'application

2.1 Étendue du dosage

La méthode est applicable à la détermination de concentrations de nitrite jusqu'à $\rho_N = 0,25$ mg/l, en utilisant le volume maximal (40 ml) de prise d'essai.

2.2 Limite de détection¹⁾

En utilisant des cuves de 40 mm d'épaisseur et une prise d'essai de 40 ml, la limite de détection a été trouvée située dans la gamme $0,001 \text{ mg/l} < \rho_N < 0,002 \text{ mg/l}$.

2.3 Sensibilité¹⁾

En utilisant une prise d'essai de 40 ml et des cuves de 40 mm d'épaisseur, une concentration de $\rho_N = 0,062$ mg/l donne une absorbance d'environ 0,66 unité.

En utilisant une prise d'essai de 40 ml et des cuves de 10 mm d'épaisseur, une concentration de $\rho_N = 0,25$ mg/l donne une absorbance d'environ 0,67 unité.

2.4 Interférences

Si l'échantillon présente une alcalinité élevée, certaines interférences peuvent être observées (voir chapitre 9).

Des essais ont été effectués avec une série de substances que l'on rencontre souvent dans les échantillons d'eau en vue de déterminer les interférences possibles. Des indications détaillées sont fournies en annexe. Parmi les substances soumises à essai, seuls la chloramine, le chlore, le thiosulfate, le polyphosphate de sodium et le fer(III) interfèrent de façon significative.

3 Principe

Réaction des ions nitrites présents dans une prise d'essai, à pH 1,9, avec le réactif amino-4 benzène sulfonamide en présence d'acide orthophosphorique pour former un sel diazoïque qui forme un complexe de coloration rose avec le dichlorhydrate de *N*-(naphtyl-1)diamino-1,2 éthane (ajouté avec le réactif amino-4 benzène sulfonamide). Mesurage de l'absorbance à 540 nm.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide orthophosphorique, solution à
15 mol/l ($\rho = 1,70$ g/ml).

4.2 Acide orthophosphorique, solution à environ
1,5 mol/l.

Ajouter, à l'aide d'une pipette, 25 ml d'acide orthophosphorique (4.1) à 150 ± 25 ml d'eau. Homogénéiser et refroidir à température ambiante. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun. Elle est stable pendant au moins 6 mois.

4.3 Réactif coloré.

AVERTISSEMENT — Ce réactif est dangereux. Tout contact avec la peau ou toute ingestion du réactif ou de ses ingrédients doit être évité.

Dissoudre $40,0 \pm 0,5$ g d' amino-4 benzène sulfonamide ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) dans un mélange formé de 100 ± 1 ml d'acide orthophosphorique (4.1) et de 500 ± 50 ml d'eau, dans un bécher.

Dissoudre $2,00 \pm 0,02$ g de dichlorhydrate de *N*-(naphtyl-1) diamino-1,2 éthane ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2\cdot 2\text{HCl}$) dans la solution obtenue. Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau. Bien homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun. Elle est stable pendant 1 mois si elle est conservée entre 2 et 5 °C.

1) Informations déduites d'un essai interlaboratoire effectué au Royaume-Uni et comprenant cinq participants.

4.4 Nitrite, solution étalon, $\rho_N = 100 \text{ mg/l}$.

Dissoudre $0,492 \pm 0,000 \text{ g}$ de nitrite de sodium (séché à 105°C durant au moins 2 h) dans environ 750 ml d'eau. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon bouché en verre brun entre 2 et 5°C . Elle est stable pendant au moins 1 mois. (Voir chapitre 10.)

4.5 Nitrite, solution étalon, $\rho_N = 1,00 \text{ mg/l}$.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon de nitrite (4.4), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Préparer cette solution chaque jour avant emploi et la rejeter après emploi.

5 Appareillage

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée avec une solution d'acide chlorhydrique à environ 2 mol/l et rincée abondamment à l'eau.

Matériel courant de laboratoire, et

Spectromètre, permettant des mesurages à une longueur d'onde de 540 nm, équipé de cuves de 10 mm et 40 mm d'épaisseurs.

6 Échantillonnage et échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés dans des flacons en verre et doivent être analysés aussi vite que possible dans les 24 h qui suivent leur prélèvement. La conservation des échantillons entre 2 et 5°C peut assurer une bonne conservation de nombreux types d'échantillons, mais cela doit être vérifié.

7 Mode opératoire**7.1 Prise d'essai**

Le volume maximal de la prise d'essai est de 40 ml. Cela convient pour la détermination de concentrations de nitrite jusqu'à $\rho_N = 0,25 \text{ mg/l}$. Des prises d'essai plus petites peuvent être utilisées au besoin de manière à pouvoir déterminer des concentrations de nitrite beaucoup plus élevées. Si l'échantillon pour laboratoire contient des matières en suspension, il doit être mis à décanter ou filtré à travers un papier en fibre de verre avant le prélèvement de la prise d'essai.

7.2 Dosage

Prélever, à l'aide d'une pipette, le volume choisi de prise d'essai, l'introduire dans une fiole jaugée de 50 ml et, si nécessaire, amener le volume à $40 \pm 2 \text{ ml}$ avec de l'eau.

NOTE — Il est essentiel de toujours ajuster le volume à $40 \pm 2 \text{ ml}$ pour assurer que le pH adéquat est atteint (après ajout du réactif) pour la réaction.

Ajouter, à l'aide d'une pipette, 1,0 ml du réactif coloré (4.3). Homogénéiser immédiatement en faisant tourbillonner et compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser et laisser reposer. Le pH, à ce stade, doit être de $1,9 \pm 0,1$. (Voir chapitre 9.)

Au moins 20 min après ajout du réactif, mesurer l'absorbance de la solution à la longueur d'onde correspondant à l'absorbance maximale (environ 540 nm) dans une cuve d'épaisseur appropriée, en utilisant l'eau comme liquide de référence.

NOTE — La longueur d'onde correspondant à l'absorbance maximale doit être vérifiée chaque fois que cette méthode est utilisée pour la première fois et doit être adoptée pour les dosages suivants.

7.3 Correction pour la couleur

Si la coloration de la prise d'essai est telle qu'elle est susceptible d'interférer lors du mesurage de l'absorbance, traiter une deuxième prise d'essai comme décrit en 7.2, mais en remplaçant le réactif coloré (4.3) par 1,0 ml de la solution d'acide orthophosphorique (4.2).

7.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en procédant comme décrit en 7.2, mais en remplaçant la prise d'essai par $40 \pm 2 \text{ ml}$ d'eau.

7.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de neuf fioles jaugées de 50 ml, introduire, à l'aide d'une burette, les volumes de la solution étalon de nitrite, (4.5) indiqués dans le tableau 1.

Ajouter de l'eau au contenu de chaque fiole pour amener le volume à $40 \pm 2 \text{ ml}$ et procéder comme décrit en 7.2, du troisième alinéa à la fin, en utilisant des cuves de l'épaisseur spécifiée dans le tableau 1.

Soustraire l'absorbance du terme zéro des absorbances obtenues pour les autres solutions d'étalonnage et tracer, pour chaque épaisseur de cuve, une courbe d'absorbance en fonction de la masse de nitrite, exprimé en azote. Les courbes doivent être linéaires et doivent passer par l'origine.

8 Expression des résultats**8.1 Méthode de calcul**

L'absorbance corrigée, A_r , de la solution d'essai est donnée par l'équation

$$A_r = A_s - A_b$$

ou, si l'on a procédé à une correction pour la couleur, elle est donnée par l'équation

$$A_r = A_s - A_b - A_c$$

où

A_s est l'absorbance mesurée de la solution d'essai;

A_b est l'absorbance de la solution d'essai à blanc;

A_c est l'absorbance de la solution préparée pour la correction pour la couleur.

NOTE — Il est essentiel que les valeurs de A_s , A_b et A_c soient mesurées dans des cuves de même épaisseur pour un échantillon particulier.

À partir de l'absorbance corrigée A_r , déterminer au moyen de la courbe d'étalonnage (7.5), pour l'épaisseur de cuve appropriée, la masse correspondante de nitrite, exprimée en microgrammes d'azote.

La concentration de nitrite, exprimée en milligrammes d'azote par litre, est donnée par la formule

$$\frac{m_N}{V}$$

où

m_N est la masse de nitrite, exprimée en microgrammes d'azote, correspondant à l'absorbance corrigée, A_r ;

V est le volume, en millilitres, de la prise d'essai.

Le résultat peut être exprimé en tant que concentration en masse d'azote, ϱ_N , ou de nitrite, $\varrho_{NO_2^-}$, en milligrammes par litre; ou en tant que concentration en quantité de matière d'ion nitrite, $c(NO_2^-)$, en micromoles par litre. Les facteurs de conversion appropriés sont donnés dans le tableau 2.

Tableau 2

	ϱ_N	$\varrho_{NO_2^-}$	$c(NO_2^-)$
	mg/l	mg/l	$\mu\text{mol/l}$
$\varrho_N = 1 \text{ mg/l}$	1	3,29	71,4
$\varrho_{NO_2^-} = 1 \text{ mg/l}$	0,304	1	21,7
$c(NO_2^-) = 1 \mu\text{mol/l}$	0,014	0,046	1

Exemple:

Une concentration d'azote $\varrho_N = 1 \text{ mg/l}$ correspond à une concentration de nitrite $\varrho_{NO_2^-} = 3,29 \text{ mg/l}$.

8.2 Fidélité

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

(standards.iteh.ai)

Tableau 1

Volume de la solution étalon de nitrite (4.5)	Masse correspondante de nitrite, exprimée en azote, m_N	Épaisseur de la cuve
ml	μg	mm
0,00	0,00	10 et 40*
0,50	0,50	40
1,00	1,00	10 et 40
1,50	1,50	40
2,00	2,00	40
2,50	2,50	10 et 40
5,00	5,00	10
7,50	7,50	10
10,00	10,00	10

* Des cuves de 50 mm d'épaisseur peuvent également être utilisées.

Tableau 3*

Échantillon	Concentration de nitrite, ρ_N	Volume de la prise d'essai	Épaisseur de la cuve	Écart-type**(mg/l)	
	mg/l	ml	mm	Répétabilité	Reproductibilité
Solution étalon	0,000	40	40	0,000 1 à 0,000 3	—
Solution étalon	0,040	40	40	0,000 2 à 0,000 8	0,000 2 à 0,001 8
Solution étalon	0,40	40	10	0,001 1 à 0,005 4	0,003 à 0,009
Solution étalon	1,60	5	10	0,002 à 0,026	0,007 à 0,040
Eau usée traitée	1,01	5	10	0,002 à 0,020	0,004 à 0,021
Eau de mer	0,20	40	10	0,000 3 à 0,002 6	0,001 à 0,004
Eau de rivière	0,30	25	10	0,000 8 à 0,011 6	0,002 à 0,012

* Informations déduites d'un essai interlaboratoire effectué au Royaume-Uni et comprenant cinq participants.

** Les valeurs les plus élevées et les plus faibles ont été fournies par l'essai interlaboratoire. Toutes les valeurs ont 14 degrés de liberté.

9 Cas particuliers

Si l'alcalinité de l'échantillon est élevée et telle que le pH n'est pas de $1,9 \pm 0,1$ après traitement de la prise d'essai et dilution à 40 ml, il convient d'ajouter un excès de la solution d'acide orthophosphorique (4.2) avant dilution de manière à obtenir le pH spécifié. La méthode admet, cependant, une alcalinité en hydrogénéocarbonate d'au moins 300 mg/l dans une prise d'essai de 40 ml sans qu'il y ait déviation par rapport au pH spécifié.

50 ml de la solution titrée de permanganate de potassium, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$, correspondent à 3,502 mg d'azote. Ainsi, pour la solution étalon de nitrite (4.4), le volume utilisé pour le titrage devrait être de 35,02 ml. La solution étalon de nitrite convient uniquement si le volume utilisé pour le titrage est situé dans la gamme $35,02 \pm 0,40 \text{ ml}$.

10 Notes sur le mode opératoire

Les solutions étalons de nitrite pouvant être instables, la concentration de la solution étalon de nitrite (4.4) utilisée peut être vérifiée selon la méthode suivante.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 50 ml d'une solution titrée de permanganate de potassium, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$, et les introduire dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter $10 \pm 1 \text{ ml}$ d'une solution d'acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5 \text{ mol/l}$, et homogénéiser soigneusement. Remplir une burette de 50 ml avec la solution étalon de nitrite (4.4) et régler l'appareillage de façon que l'extrémité de la burette plonge sous la surface de la solution de permanganate acide contenue dans la fiole. Titrer jusqu'à obtention de la décoloration. Lorsque le virage à l'incolore est sur le point d'être obtenu, chauffer la solution à environ 40°C et poursuivre le titrage lentement jusqu'au moment où la décoloration du permanganate est juste obtenue. Noter le volume de la solution étalon de nitrite utilisée pour le titrage.

11 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 dans la présente Norme internationale, ou tout autre incident susceptible d'avoir agi sur le résultat.

Annexe

Effet d'autres substances sur le résultat

Substance	Sel employé	Masse de substance* µg	Effet** sur le dosage de		
			$m_N = 0 \text{ µg}$	$m_N = 1,00 \text{ µg}$	$m_N = 10,0 \text{ µg}$
Magnésium	Acétate	1 000	0,00	0,00	-0,07
Potassium	Chlorure	100	0,00	0,00	-0,07
Potassium	Chlorure	1 000	0,00	-0,03	-0,13
Sodium	Chlorure	100	0,00	0,00	-0,02
Sodium	Chlorure	1 000	0,00	-0,01	-0,13
Hydrogénocarbonate	Sodium	6 100 (HCO_3^-)	0,00	+0,03	+0,01
Hydrogénocarbonate	Sodium	12 200 (HCO_3^-)	0,00	+0,03	+0,06
Nitrate	Potassium	1 000 (N)	0,00	0,00	-0,06
Ammonium	Chlorure	100 (N)	0,00	-0,01	-0,03
Cadmium	Chlorure	100	0,00	-0,03	-0,03
Zinc	Acétate	100	0,00	-0,04	0,00
Manganèse	Chlorure	100	0,00	+0,04	-0,03
Fer(III)	Chlorure	10	0,00	+0,04	-0,03
Fer(III)	Chlorure	100	0,00	-0,06	-0,51
Cuivre	Acétate	100	-0,06	-0,06	-0,07
Aluminium	Sulfate	100	0,00	0,00	-0,03
Silicate	Sodium	100 (SiO_2)	0,00	0,00	-
Urée	-	100	0,00	+0,04	-0,09
Thiosulfate	Sodium	100 ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$)	0,00	-0,03	-0,82
Thiosulfate	Sodium	1 000 ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$)	0,00	0,00	-0,77
Chlore	-	2 (Cl_2)	0,00	-0,22	-0,25
Chlore	-	20 (Cl_2)	-0,01	-1,01	-2,81
Chloramine	-	2 (Cl_2)	-	-0,06	-0,07
Chloramine	-	20 (Cl_2)	-0,01	-0,30	-2,78
Chlorure d'hydroxylammonium		100	0,00	0,00	-0,01
Hexamétaphosphate de sodium		50	0,00	-0,03	-0,82
Hexamétaphosphate de sodium		500	0,00	-0,80	-8,10

* Masse de substance présente dans la prise d'essai. La masse est exprimée en masse d'élément ou de composé, sauf indication contraire mise entre parenthèses.

** Les effets maximaux ne produisant aucune interférence sont les suivants: $0,00 \pm 0,02 \text{ µg}$; $1,00 \pm 0,08 \text{ µg}$; $10,00 \pm 0,14 \text{ µg}$ (au niveau de confiance 95 %).

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6777:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/10531135-72d2-487d-9471-410717fbf14f/iso-6777-1984>