

Norme internationale



7890/1

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

Qualité de l'eau — Dosage des nitrates — Partie 1: Méthode spectrométrique au diméthyl-2,6 phénol

Water quality — Determination of nitrate — Part 1: 2,6-Dimethylphenol spectrometric method

Première édition — 1986-01-15

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7890-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec5ec2a5-42f2-42ba-83c4-96b04a6817c4/iso-7890-1-1986>

CDU 543.3 : 543.4 : 546.175

Réf. n° : ISO 7890/1-1986 (F)

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

Prix basé sur 5 pages

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7890/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Qualité de l'eau — Dosage des nitrates —

Partie 1: Méthode spectrométrique au diméthyl-2,6 phénol

1 Objet et domaine d'application

1.1 Substance dosée

La présente partie de l'ISO 7890 spécifie une méthode de dosage de l'ion nitrate dans les eaux.

1.2 Type d'échantillon

Cette méthode est applicable à l'analyse directe des eaux potables et des eaux brutes.

NOTE — Les eaux polluées et les eaux salines doivent être analysées à l'aide des modes opératoires décrits dans l'ISO 7890/2, *Qualité de l'eau — Dosage des nitrates — Partie 2: Méthode spectrométrique au fluoro-4 phénol après distillation*.

1.3 Étendue du dosage

Une concentration en azote due aux nitrates, ϱ_N , jusqu'à 25 mg/l dans la prise d'essai peut être déterminée.

1.4 Limite de détection

Concentration en azote due aux nitrates, $\varrho_N = 0,06$ mg/l.

1.5 Sensibilité

Une concentration en azote due aux nitrates, $\varrho_N = 25$ mg/l fournit une absorbance d'environ 1,5 unité dans une cuve de 10 mm d'épaisseur.

1.6 Interférences

L'interférence possible de l'azote des nitrites jusqu'à $\varrho_N = 5$ mg/l est contrôlée par l'utilisation d'acide amido-sulfonique dans les réactifs.

Les chlorures peuvent interférer de façon importante, mais peuvent être éliminés par l'ajout de sulfate d'argent à l'échantillon pour essai et filtration avant prélèvement des prises d'essai (voir chapitre 8). L'effet des chlorures sur le dosage et l'efficacité de la méthode d'élimination des chlorures sont indiqués en annexe.

2 Principe

Réaction des nitrates avec, le diméthyl-2,6 phénol en présence des acides sulfurique et phosphorique, avec production du nitro-4 diméthyl-2,6 phénol. La durée de la réaction est d'environ 5 min. Mesurage spectrométrique de l'absorbance du produit de la réaction à 324 nm et lecture de la concentration en nitrates de la prise d'essai au moyen d'une courbe d'étalonnage.

3 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.

3.1 Acide acétique cristallisable, (CH_3COOH),
 $\varrho \approx 1,05$ g/ml.

3.2 Diméthyl-2,6 phénol, solution à 1,2 g/l.

Dissoudre $1,2 \pm 0,1$ g de diméthyl-2,6 phénol [$(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}$] dans $1\,000 \pm 10$ ml d'acide acétique (3.1).

Conserver dans une bouteille en verre.

Cette solution est stable pendant 1 semaine.

3.3 Mélange acide

AVERTISSEMENT — Lors de l'utilisation de ce mélange acide, il est indispensable de disposer d'une protection oculaire et de vêtements de protection. Le mélange ne doit jamais être pipeté à la bouche.

Mélanger avec précaution 500 ± 5 ml d'acide sulfurique (H_2SO_4) ($\varrho = 1,84$ g/ml) et 500 ± 5 ml d'acide orthophosphorique (H_3PO_4) ($\varrho = 1,69$ g/ml) dans un bécher en verre de 2 litres de capacité. Ajouter $0,040 \pm 0,005$ g d'acide amidosulfonique ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$) au mélange et dissoudre.

Conserver dans une bouteille bouchée en verre.

Cette solution est indéfiniment stable.

3.4 Nitrate, solution mère étalon, $\rho_N = 1\,000\text{ mg/l}$.

Dissoudre $7,218 \pm 0,001\text{ g}$ de nitrate de potassium (KNO_3) (préalablement séché à 105 °C pendant au moins 2 h) dans 750 ml d'eau environ dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans une bouteille en verre pendant 2 mois seulement.

3.5 Nitrate, solution étalon, $\rho_N = 100\text{ mg/l}$.

Transvaser à la pipette 50 ml de la solution mère étalon (3.4) dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans une bouteille en verre pendant 1 mois seulement.

1 ml de cette solution étalon correspond à 0,1 mg d'azote de nitrate.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

Spectromètre, permettant d'effectuer des mesures à une longueur d'onde de 324 nm et équipé de cuves de 10 mm d'épaisseur.

5 Échantillonnage et échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés dans des bouteilles en verre ou en polyéthylène et doivent être analysés dès que possible après leur prélèvement. Le stockage des échantillons à une température située entre 2 et 5 °C peut permettre de conserver de nombreux types d'échantillons, mais il faut vérifier que c'est bien le cas pour chaque type d'échantillon.

Avant de prélever la prise d'essai laisser, décanter ou filtrer sur papier en fibre de verre les échantillons pour laboratoire contenant des matières en suspension.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Pipetter 5 ml de l'échantillon pour laboratoire (chapitre 5).

6.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, parallèlement au dosage, en utilisant 5 ml d'eau à la place de la prise d'essai.

6.3 Étalonnage

6.3.1 Préparation de la série de solution étalons

Introduire à la pipette, dans une série de fioles jaugées de 100 ml, 1 ; 5 ; 10 ; 15 ; 20 et 25 ml respectivement de la solution étalon de nitrate (3.5). Compléter au volume avec de l'eau. Ces solutions contiennent respectivement 1 ; 5 ; 10 ; 15 ; 20 et 25 mg d'azote de nitrate par litre.

Conserver ces solutions dans des bouteilles en verre pendant 1 semaine seulement.

6.3.2 Développement de la coloration

À l'aide d'une pipette pourvue d'une poire à pipetter, introduire 35 ml du mélange acide (3.3) dans une série de 6 fioles coniques sèches de 100 ml. Introduire dans chaque fiole, à l'aide d'une pipette, 5 ml des solutions étalonnage (5.3.1), puis 5 ml de la solution de diméthyl-2,6 phénol (3.2). Mélanger soigneusement le contenu de la fiole par agitation circulaire et laisser reposer pendant 10 à 60 min.

6.3.3 Mesurages spectrométriques

Mesurer l'absorbance de chaque solution d'étalonnage à 324 nm dans une cuve de 10 mm d'épaisseur par rapport à de l'eau dans la cuve de référence.

6.3.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

Soustraire l'absorbance de l'essai à blanc (6.2) des absorbances des solutions d'étalonnage et tracer la courbe des absorbances en fonction de la concentration, exprimée en milligrammes par litre, d'azote du nitrate. Cette courbe doit être linéaire et doit passer par l'origine.

6.4 Dosage

Procéder comme en 6.3.2 et 6.3.3 en utilisant une fiole conique de 100 ml et la prise d'essai (6.1) à la place des solutions d'étalonnage.

7 Expression des résultats

7.1 Calcul

L'absorbance, A_0 , due à la présence de l'azote des nitrates dans la prise d'essai est donnée par l'équation

$$A_0 = A_1 - A_2$$

où

A_1 est l'absorbance de la prise d'essai (6.4) ;

A_2 est l'absorbance de l'essai à blanc (6.2).

Déduire de la courbe d'étalonnage (6.3.4) la concentration en azote due aux nitrates, ϱ_N , exprimée en milligrammes par litre, correspondant à la valeur A_0 de l'absorbance.

Les résultats peuvent être exprimées de différentes manières (voir tableau 1).

Tableau 1

	$c(\text{NO}_3^-)$	$\varrho_{\text{NO}_3^-}$	ϱ_N
	mmol/l	mg/l	mg/l
$c(\text{NO}_3^-) = 1 \text{ mmol/l}$	1	62	14,01
$\varrho_{\text{NO}_3^-} = 1 \text{ mg/l}$	0,016 1	1	0,226
$\varrho_N = 1 \text{ mg/l}$	0,071 4	4,427	1

Exemple: Une concentration en ion nitrate, $\varrho_{\text{NO}_3^-}$, de 1 mg/l correspond à une concentration en azote des nitrates, ϱ_N , de 0,226 mg/l.

7.2 Fidélité

7.2.1 Répétabilité

Les écarts-types de répétabilité de différents laboratoires ont été déterminés¹⁾ pour des solutions étalons comme indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2

Teneur en nitrates, ϱ_N	Écart-type	Degrés de liberté
mg/l	mg/l	
3,00	0,20	4
6,00	0,35	4
9,00	0,25	4
12,00	0,14	4
24,65	0,07	19

7.2.2 Reproductibilité

Les écarts-types de reproductibilité ont été déterminés¹⁾ dans un essai interlaboratoire, comme indiqué dans le tableau 3.

Tableau 3

Échantillon	Teneur en nitrates, ϱ_N	Écart-type total ϱ_N	Degrés de liberté
	mg/l	mg/l	
Eau potable	2,6	0,17	21
Eau souterraine	5,8	0,71	20
Eau de surface	10,2	0,29	18
Effluent d'égout	15,9	0,82	20

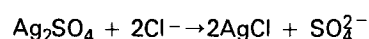
8 Cas particuliers

8.1 Généralités

L'effet des chlorures sur cette méthode est indiqué dans l'annexe. Lorsque la concentration en chlorures d'un échantillon pour laboratoire risque d'interférer, éliminer les chlorures de l'échantillon pour essai par précipitation avec du sulfate d'argent.

8.2 Principe et réactions

Le sulfate d'argent réagit avec l'ion chlorure comme suit:



Par conséquent, 312 mg de sulfate d'argent précipitent 71 mg d'ion chlorure. Addition d'environ deux fois cette quantité stoechiométrique de sulfate d'argent à un échantillon pour essai, afin de provoquer la précipitation complète des chlorures. Filtration de l'échantillon pour essai avant le prélèvement d'une prise d'essai pour analyse.

8.3 Réactifs

8.3.1 Sulfate d'argent, solution à 4,4 g/l.

Dissoudre $4,40 \pm 0,02$ g de sulfate d'argent (Ag_2SO_4) dans 950 ml environ d'eau et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

Conserver cette solution immédiatement dans une bouteille en verre foncé, auquel cas elle est indéfiniment stable.

8.4 Appareillage et matériaux

Matériel courant de laboratoire et,

Papiers filtres exempts de cendres et à filtration lente. Aucun nitrate ne devrait en être extrait par lessivage au cours de la filtration.

8.5 Mode opératoire

Déterminer d'abord la concentration en chlorures ϱ_{Cl} , exprimée en milligrammes par litre, de l'échantillon pour laboratoire.

Introduire à la pipette 25 ml de l'échantillon pour laboratoire dans un bécher sec de 50 ml. Ajouter à la burette 0,05 ϱ_{Cl} ml de la solution de sulfate d'argent (8.3), où ϱ_{Cl} est la concentration en chlorure déjà déterminée. Noter le volume de la solution de sulfate d'argent ajoutée.

Mélanger par agitation circulaire le contenu du bécher puis filtrer le mélange au travers d'un papier filtre (8.4). Recueillir le filtrat dans un bécher sec de 50 ml.

Appliquer le mode opératoire (chapitre 6) en utilisant 5 ml de ce filtrat comme prise d'essais.

1) Indications fournies par la République fédérale d'Allemagne.

8.6 Expression des résultats

Procéder comme en 7.1. La concentration en nitrates ϱ'_N , exprimée en milligrammes par litre, de l'échantillon pour laboratoire est donnée par l'équation:

$$\varrho'_N = \frac{\varrho_N (25 + V)}{25}$$

ou

ϱ_N est la concentration en nitrates, exprimée en milligrammes par litre, obtenue d'après la courbe d'étalonnage;

V est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'argent (8.5) ajoutée.

9 Procès-verbal d'essai

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

- la référence à la présente partie de l'ISO 7890;
- l'identification précise de l'échantillon;
- des informations concernant la conservation de l'échantillon de laboratoire avant l'analyse;
- les résultats de répétabilité obtenus par le laboratoire par emploi de la méthode;
- le résultat obtenu, exprimé sous forme ϱ_N , en milligrammes par litre, ou sous forme $\varrho_{NO_3^-}$, en milligrammes par litre, ou sous forme $c(NO_3^-)$, en millimoles par litre;
- toute modification du mode opératoire normalisé ou tout autre incident pouvant avoir agi sur le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7890-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec5ec2a5-42f2-42ba-83c4-96b04a6817c4/iso-7890-1-1986>

Annexe

Effet des chlorures sur la méthode

A.1 Sans application du mode opératoire relatif au cas particulier (voir chapitre 8)

A.2 Après application du mode opératoire « cas particulier » (voir chapitre 8)

Tableau 4

Concentration en chlorures dans l'échantillon pour laboratoire	Effet sur la détermination de	
	$\varrho_N = 2 \text{ mg/l}$	$\varrho_N = 15 \text{ mg/l}$
mg/l		
25	+0,11	+0,10
50	+0,15	+0,32
75	+0,13	+0,45
100	+0,16	+0,64
200	+0,23	+1,30
300	+0,30	+2,07
400	+0,38	+2,75

Tableau 5

Concentration en chlorures dans l'échantillon pour laboratoire	Effet sur la détermination de	
	$\varrho_N = 2 \text{ mg/l}$	$\varrho_N = 15 \text{ mg/l}$
mg/l		
25	+0,14	+0,20
50	+0,14	+0,20
75	+0,22	+0,17
100	+0,17	+0,17
200	+0,12	+0,22
300	+0,15	+0,25
400	+0,25	+0,29

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7890-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec5ec2a5-42f2-42ba-83c4-96b04a6817c4/iso-7890-1-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7890-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec5ec2a5-42f2-42ba-83c4-96b04a6817c4/iso-7890-1-1986>