
Norme internationale



7890/2

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

**Qualité de l'eau — Dosage des nitrates —
Partie 2: Méthode spectrométrique au fluoro-4 phénol
après distillation**

Water quality — Determination of nitrate — Part 2: 4-Fluorophenol spectrometric method after distillation

Première édition — 1986-01-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 7890-2:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cf64446-759a-4d65-b9c5-0db940a6852f/iso-7890-2-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cf64446-759a-4d65-b9c5-0db940a6852f/iso-7890-2-1986>

CDU 543.3 : 543.4 : 546.175

Réf. n° : ISO 7890/2-1986 (F)

Descripteurs : eau, qualité, analyse chimique, dosage, nitrate, 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 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 7890/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ef54446-759a-4d65-b9c5-0db946e8536f/iso-7890-2-1986>

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 2: Méthode spectrométrique au fluoro-4 phénol après distillation

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 de tous les types d'échantillons d'eaux, mais est particulièrement destinée aux eaux polluées et aux eaux salines.

1.3 Étendue du dosage

Jusqu'à une concentration en azote due aux nitrates $\rho_N = 45$ mg/l, en utilisant une prise d'essai de 5 ml, et une cuve de 10 mm d'épaisseur. Cette limite peut être modifiée en utilisant des volumes de prise d'essai et des cuves différentes. (Voir chapitre 8.)

1.4 Limite de détection

Concentration en azote due aux nitrates, $\rho_N = 0,22$ mg/l.

1.5 Sensibilité

Une concentration en azote due aux nitrates, $\rho_N = 45$ mg/l fournit une absorbance d'environ 1,4 unités dans une cuve de 10 mm d'épaisseur.

1.6 Interférences

Les interférences possibles des chlorures et des nitrites sont respectivement éliminées par l'ajout d'acide amidosulfonique et de sulfate d'étain(IV). Certaines substances, par exemple les nitrophénols, peuvent être entraînées par distillation et colorer le distillat. Aucune autre interférence n'est connue.

2 Principe

Réaction des nitrates avec le fluoro-4 phénol en solution acide pour donner du nitro-2 fluoro-4 phénol. Récupération de ce composé à partir du mélange de réaction par distillation à la vapeur dans une solution d'hydroxyde de sodium. Mesurage spectrométrique de l'absorbance de ce distillat à 430 nm et lecture de la concentration en nitrates de la prise d'essai au moyen d'une courbe d'étalonnage. En alternative, le composé peut être extrait dans le toluène puis réextrait dans une solution de sulfite de sodium avant mesurage de l'absorbance.

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 Toluène, (CH₃C₆H₅).

AVERTISSEMENT — Le toluène est très inflammable et toxique par inhalation. Éviter d'en respirer les vapeurs et tout contact avec la peau et les yeux. Éviter la proximité de toute source d'inflammation.

3.2 Mélange d'acide aminosulfonique.

Broyer ensemble dans un mortier 46 ± 0,5 g de sulfate de sodium (Na₂SO₄), 1,5 ± 0,1 g de chlorure de sodium (NaCl) et 2,5 ± 0,1 g d'acide amidosulfonique (NH₂SO₃H). Bien mélanger.

Conservé le mélange dans un récipient hermétique à l'eau.

3.3 Acide sulfurique, solution $\rho = 1,74$ g/ml.

AVERTISSEMENT — Lors de l'utilisation de cette solution acide, la protection oculaire et l'emploi de vêtements de protection sont indispensables. Une telle solution ne doit jamais être pipetée à la bouche.

Introduire 250 ± 5 ml d'eau dans un bécher en verre de 2 litres. Ajouter, petit à petit et avec précaution, 750 ± 10 ml d'acide sulfurique $\rho = 1,84$ g/ml à cette eau, en agitant sans cesse et en refroidissant. Refroidir la solution à température ambiante.

Conservé l'acide dans une bouteille fermée en verre.

3.4 Sulfate d'étain(IV), solution mère.

Introduire 70 ± 2 ml d'eau dans un bécher en verre de 500 ml. Ajouter petit à petit et avec précaution 300 ± 5 ml d'acide sulfurique $\rho = 1,84$ g/ml à cette eau, en agitant sans cesse et en refroidissant. Après refroidissement à température ambiante, ajouter 60 ± 0,5 g de sulfate d'étain(II) (SnSO₄) au mélange, et dissoudre. Ajouter ensuite, par petites quantités et sans cesser d'agiter, 30 ± 1 ml d'une solution de peroxyde d'hydrogène à 300 g/l. Lorsque tout le peroxyde d'hydrogène a été ajouté, chauffer le mélange au point d'ébullition, afin de détruire tout excès de peroxyde d'hydrogène. Refroidir la solution à température ambiante.

Conservé dans une bouteille fermée en verre.

Une dissolution complète ne pouvant être obtenue, la présence d'une petite quantité de sédiment dans ce réactif peut être tolérée. Une filtration n'est pas nécessaire.

3.5 Sulfate d'étain(IV), solution P.

Dans une éprouvette graduée, diluer 50 ± 1 ml de la solution mère de sulfate d'étain(IV) (3.4) à 1 litre avec de l'acide sulfurique (3.3).

3.6 Sulfate d'étain(IV), solution Q.

Dans une éprouvette graduée, diluer 100 ± 1 ml de la solution mère de sulfate d'étain(IV) (3.4) à 1 litre avec la solution d'acide sulfurique (3.3).

3.7 Sulfate d'étain(IV), solution R.

Dans une éprouvette graduée, diluer 200 ± 2 ml de la solution mère de sulfate d'étain(IV) (3.4) à 1 litre avec la solution d'acide sulfurique (3.3).

3.8 Fluoro-4-phénol, solution dans le dioxacyclohexane-1,4, 112 g/l.

AVERTISSEMENT — Le fluoro-4 phénol est irritant. Éviter que ce produit ou des solutions contenant ce produit viennent en contact avec la peau. Le dioxacyclohexane-1,4 est très inflammable, toxique par inhalation et peut former des peroxydes explosifs. Éviter d'en respirer les vapeurs.

Dissoudre $11,2 \pm 0,1$ g de fluoro-4 phénol (C_6H_4OH) dans 100 ± 2 ml de dioxacyclohexane-1,4 ($C_4H_8O_2$) (exempt de peroxyde).

Conserver cette solution dans une bouteille fermée en verre.

3.9 Hydroxyde de sodium solution, à 8 mol/l environ.

Dissoudre 160 ± 1 g d'hydroxyde de sodium dans 500 ± 5 ml d'eau. Refroidir la solution à température ambiante.

Conserver dans une bouteille en polyéthylène.

3.10 Sulfite de sodium solution, à 160 g/l.

Dissoudre $40 \pm 0,5$ g de sulfite de sodium (Na_2SO_3) dans 250 ± 2 ml d'eau.

Conserver la solution dans une bouteille fermée en verre.

3.11 Sulfite de sodium, solution alcaline.

Mélanger 250 ± 2 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9) et 125 ± 2 ml de la solution de sulfite de sodium (3.10). Amener à 500 ml avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène.

3.12 Sulfite de sodium, solution alcaline diluée.

Dans une éprouvette graduée, diluer 200 ± 2 ml de la solution alcaline de sulfite de sodium (3.11) à 1 litre avec de l'eau.

Conserver la solution dans une bouteille fermée en verre.

3.13 Hydrogénosulfate de sodium, solution, $c(HSO_4^-) \approx 0,5$ mol/l.

Dissoudre $69 \pm 0,5$ g d'hydrogénosulfate de sodium monohydraté ($NaHSO_4 \cdot H_2O$) dans 1000 ± 10 ml d'eau.

Conserver la solution dans une bouteille fermée en verre.

3.14 Nitrate, solution mère étalon, $\rho_N = 1000$ mg/l.

Dissoudre $7,218 \pm 0,001$ g de nitrate de potassium (KNO_3) (préalablement séché à $105^\circ C$ pendant au moins 2 h) dans 750 ml d'eau environ dans une fiole jaugée de 1000 ml. Diluer au volume avec de l'eau.

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

3.15 Nitrate, solution étalon, $\rho_N = 100$ mg/l.

Transvaser à la pipette 50 ml de la solution mère étalon (3.14) 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 au maximum.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Spectromètre, permettant d'effectuer des mesurages à une longueur d'onde de 430 nm et équipé de cuves de 10 mm d'épaisseur.

4.2 Bain d'eau, pouvant recevoir des fioles coniques de 100 ml.

4.3 Appareil de distillation à la vapeur.

4.4 Fioles coniques, de 100 ml de capacité, de préférence prévues pour pouvoir être adaptées directement à l'appareil de distillation à la vapeur.

4.5 Ampoules à décanter, de 250 ml de capacité.

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.

Il convient de laisser décanter les échantillons pour laboratoire contenant des matières en suspension, ou de les filtrer à travers un papier filtre en fibre de verre avant de prélever la prise d'essai.

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 solutions étalons

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à la pipette respectivement 2; 10; 20; 30; 40 et 45 ml de la solution étalon de nitrate (3.15). Compléter les fioles au volume avec de l'eau. Ces solutions contiennent respectivement 2; 10; 20; 30; 40 et 45 mg d'azote de nitrate par litre.

Conserver ces solutions dans des bouteilles en verre pendant une semaine au plus.

6.3.2 Développement de la coloration

Introduire à la pipette 5 ml de chacune des solutions d'étalonnage dans une série de six fioles coniques sèches de 100 ml. Ajouter à la pipette (en utilisant une poire à pipetter) 1 ml d'acide sulfurique (3.3). Ajouter $1,0 \pm 0,1$ g du mélange d'acide aminosulfonique (3.2) et agiter la fiole jusqu'à ce que le mélange d'acide soit dissous. Chauffer la fiole dans un bain d'eau à 70 à 80 °C pendant 15 ± 2 min.

Sortir la fiole du bain d'eau et ajouter 40 ± 1 ml de la solution de sulfate d'étain(IV) P, Q ou R (3.5, 3.6 ou 3.7) selon la concentration appropriée en chlorure, connue ou supposée de l'échantillon (voir tableau 1). Agiter le mélange et refroidir à la température ambiante.

Introduire à la pipette (en utilisant une poire à pipetter) 2 ml de la solution de fluoro-4 phénol (3.8) et agiter énergiquement la fiole. Laisser reposer le mélange 1 h au moins, puis transférer quantitativement le contenu de la fiole dans l'appareil de distillation à la vapeur en utilisant deux prises de 5 ml d'acide sulfurique (3.3) pour rincer la fiole.

NOTE — Si la fiole conique est prévue pour être adaptée directement à l'appareil de distillation à la vapeur, il ne sera pas nécessaire de transférer le contenu de la fiole.

Tableau 1

Solution de sulfate d'étain(IV)	Concentration connue ou supposée en chlorures
	mg/l
P (3.5)	$\rho_{Cl} < 7\ 000$
Q (3.6)	$7\ 000 \leq \rho_{Cl} < 14\ 000$
R (3.7)	$14\ 000 \leq \rho_{Cl} < 28\ 000$

Introduire 20 ± 1 ml de la solution alcaline de sulfite de sodium (3.11) dans une fiole jaugée de 100 ml et faire plonger le tube d'évacuation du condenseur de l'appareil de distillation au-dessous du niveau de cette solution. Admettre la vapeur dans l'appareil et distiller jusqu'à ce que le volume du liquide dans la fiole jaugée réceptrice atteigne environ 90 ml. Arrêter alors l'alimentation en vapeur.

Séparer la fiole réceptrice du tube d'évacuation et rincer la partie extérieure du tube avec un peu d'eau, cette eau de rinçage étant ajoutée au contenu de la fiole jaugée. Porter le contenu de la fiole au trait repère avec de l'eau.

6.3.3 Mesurages spectrométriques

Agiter énergiquement la fiole et mesurer alors l'absorbance de la solution à 430 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 une courbe d'absorbance 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 2).

Tableau 2

	$c(\text{NO}_3^-)$	$\varrho_{\text{NO}_3^-}$	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
$\varrho_{\text{N}} = 1 \text{ mg/l}$	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

L'écart-type de répétabilité obtenu pour la détermination¹⁾ de $\varrho_{\text{N}} = 44,7 \text{ mg/l}$ est de 0,26 (13 degrés de liberté).

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	0,37	7
Eau souterraine	5,8	0,39	5
Eau de surface	10,2	0,88	5
Effluent d'égout	15,9	1,18	6

8 Cas particuliers

La gamme d'application de la méthode peut être modifiée en utilisant des volumes de prises d'essai différents et des cuves spectrométriques d'épaisseurs différentes comme indiqué dans le tableau 4.

Tableau 4

Gamme d'application modifiée	Volume de la prise d'essai	Épaisseur de la cuve
mg/l	ml	mm
$\varrho_{\text{N}} < 2$	10	40 à 50
$\varrho_{\text{N}} < 120$	2	10

Dans les deux cas, le mode opératoire demeure celui qui est décrit au chapitre 6, sauf en ce qui concerne le volume de la prise d'essai et l'épaisseur de la cuve. L'étalonnage doit être effectué en utilisant au moins six solutions d'étalonnage régulièrement réparties dans la gamme d'application choisie. Ces solutions d'étalonnage doivent être préparées à partir de la solution étalon de nitrate (3.15) ou de la solution mère étalon de nitrate (3.14), suivant le cas.

9 Remarques concernant le mode opératoire

En alternative à la distillation à la vapeur, le mode d'extraction suivant peut être utilisé.

Procéder au dosage (6.4) jusqu'à l'ajout du réactif au fluoro-4 phénol. Agiter énergiquement la fiole et laisser reposer le mélange 1 h au moins. Puis transférer quantitativement le contenu de la fiole dans un entonnoir à décantation de 250 ml, en utilisant deux prises de 5 ml d'acide sulfurique (3.3) pour rincer la fiole. Ajouter $10 \pm 1 \text{ ml}$ de toluène (3.1) dans l'ampoule à décanter et agiter $5 \pm 1 \text{ min}$. Laisser les phases se séparer et éliminer la phase aqueuse.

Ajouter $20 \pm 1 \text{ ml}$ de solution d'hydrogénosulfate de sodium (3.13) et agiter légèrement 1 min. Éliminer la phase aqueuse et ajouter à la pipette 100 ml de la solution alcaline de sulfite de sodium diluée (3.12). Agiter l'ampoule à décanter pendant $5 \pm 1 \text{ minutes}$ et laisser les phases se séparer.

Mesurer l'absorbance de la phase aqueuse.

L'essai à blanc et l'étalonnage sont conduits de la même manière.

Une augmentation par 5 de la sensibilité de la méthode peut être obtenue en utilisant 20 ml de la solution alcaline de sulfite de sodium diluée pour la dernière extraction.

10 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 indications détaillées 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 $\varrho_{\text{NO}_3^-}$, en milligrammes par litre, ou sous forme $c(\text{NO}_3^-)$, en millimoles par litre;
- toute modification du mode opératoire normalisé ou tout autre incident pouvant avoir agi sur le résultat.

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

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7890-2:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cf64446-759a-4d65-b9c5-0db940a6852f/iso-7890-2-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7890-2:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cf64446-759a-4d65-b9c5-0db940a6852f/iso-7890-2-1986>