

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
7890-3

Première édition  
1988-12-01



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

## Qualité de l'eau — Dosage des nitrates —

### Partie 3 :

### Méthode spectrométrique avec l'acide sulfosalicylique

iTeh STANDARD PREVIEW

*Water quality — Determination of nitrate —* (standards.iteh.ai)

*Part 3 : Spectrometric method using sulfosalicylic acid*

ISO 7890-3:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4f6e4aa-1480-42c8-86d4-7915576dc675/iso-7890-3-1988>

## 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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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 7890-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4f6e4aa-1480-42c8-86d4-7915576dc675/iso-7890-3-1988>

L'ISO 7890 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau – Dosage des nitrates* :

- *Partie 1 : Méthode spectrométrique au diméthyl-2,6 phénol*
- *Partie 2 : Méthode spectrométrique au fluoro-4 phénol après distillation*
- *Partie 3 : Méthode spectrométrique avec l'acide sulfosalicylique*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 7890.

# Qualité de l'eau — Dosage des nitrates —

## Partie 3 : Méthode spectrométrique avec l'acide sulfosalicylique

### 1 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

La présente méthode convient à des échantillons d'eaux brutes et d'eaux potables.

#### 1.3 Étendue du dosage

Jusqu'à une concentration maximale en azote due aux nitrates,  $\rho_N = 0,2$  mg/l, en utilisant une prise d'essai maximale de 25 ml. La gamme peut être étendue vers le haut par des prises d'essai inférieures.

#### 1.4 Limite de détection<sup>1)</sup>

Avec des cuves de 40 mm d'épaisseur et une prise d'essai de 25 ml, la limite de détection est comprise dans la gamme  $\rho_N = 0,003$  à  $0,013$  mg/l.

#### 1.5 Sensibilité<sup>1)</sup>

Une concentration en azote due aux nitrates,  $\rho_N = 0,2$  mg/l, fournit une absorbance d'environ 0,68 unité, en utilisant une prise d'essai de 25 ml dans des cuves de 40 mm d'épaisseur.

### 1.6 Interférences

On a pratiqué des essais sur un ensemble de substances souvent présentes dans les échantillons d'eau, afin de déterminer les interférences possibles avec la présente méthode. Des détails complets figurent dans l'annexe A. Les principaux agents d'interférence potentiels sont le chlorure, l'orthophosphate, le magnésium et le manganèse(II), comme l'indique l'annexe A.

D'autres essais montrent qu'avec cette méthode on peut admettre une couleur d'échantillon maximale de 150 mg/l Pt, à condition que la méthode de correction d'absorption de la prise d'essai décrite ci-dessous soit appliquée. (Voir 6.5.)

## 2 Principe

Mesurage spectrométrique du composé jaune issu de la réaction des nitrates avec l'acide sulfosalicylique (formé par addition à l'échantillon de salicylate de sodium et d'acide sulfurique) après traitement à l'alcali.

En même temps que l'alcali, on ajoute du sel disodique de l'acide éthylènediamine-tétraacétique ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ) pour empêcher la précipitation des sels de calcium et de magnésium. L'adjonction d'azotate de sodium vise enfin à neutraliser l'interférence des nitrites.

## 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.

1) Résultats d'un essai interlaboratoire effectué au Royaume-Uni et qui rassemblait quatre participants. La limite de détection a été prise égale à 4,65 fois l'écart-type du blanc au sein d'un lot.

**3.1 Acide sulfurique**,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 18 \text{ mol/l}$ ,  $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ .

**AVERTISSEMENT** — Lors de l'utilisation de ce réactif, il est indispensable de disposer d'une protection oculaire et de vêtements de protection.

**3.2 Acide acétique cristallisable**,  
 $c(\text{CH}_3\text{COOH}) \approx 17 \text{ mol/l}$ ,  $\rho = 1,05 \text{ g/ml}$ .

**AVERTISSEMENT** — Lors de l'utilisation de ce réactif, il est indispensable de disposer d'une protection oculaire et de vêtements de protection.

**3.3 Alkali**, solution,  $\rho_{\text{NaOH}} = 200 \text{ g/l}$ ,  
 $\rho [\text{CH}_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{COOH})\text{CH}_2\text{-COONa}]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 50 \text{ g/l}$ .

Dissoudre avec précaution  $200 \pm 2 \text{ g}$  de pastilles d'hydroxyde de sodium dans environ  $800 \text{ ml}$  d'eau. Ajouter  $50 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$  de sel disodique de l'acide éthylènediamine-tétraacétique ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ) dihydraté  $\{[(\text{CH}_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{COOH})\text{CH}_2\text{-COONa})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]\}$  et dissoudre. Laisser refroidir à la température ambiante et compléter à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée. Conserver dans une bouteille en polyéthylène. Ce réactif est stable indéfiniment.

**AVERTISSEMENT** — Lors de l'utilisation de ce réactif, il est indispensable de disposer d'une protection oculaire et de vêtements de protection.

**3.4 Azoture de sodium**, solution,  $\rho_{\text{NaN}_3} = 0,5 \text{ g/l}$ .

Dissoudre avec précaution  $0,05 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$  d'azoture de sodium dans environ  $90 \text{ ml}$  d'eau puis compléter à  $100 \text{ ml}$  avec de l'eau dans une éprouvette graduée. Conserver dans une bouteille en verre. Ce réactif est stable indéfiniment.

**AVERTISSEMENT** — Ce réactif est très toxique; ne pas en avaler. Le contact du réactif solide et des acides libère un gaz très toxique.

NOTE — Une solution d'acide sulfamique,  $\rho_{\text{NH}_2\text{-SO}_3\text{H}} = 0,75 \text{ g/l}$ , peut être également utilisée à la place de la solution d'azoture de sodium.

**3.5 Salicylate de sodium**, solution,  
 $\rho_{\text{HO-C}_6\text{H}_4\text{-COONa}} = 10 \text{ g/l}$ .

Dissoudre  $1 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  de salicylate de sodium ( $\text{HO-C}_6\text{H}_4\text{-COONa}$ ) dans  $100 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$  d'eau. Conserver dans une bouteille en verre ou en polyéthylène. Préparer cette solution chaque jour au moment de l'emploi.

**3.6 Nitrate**, solution mère étalon,  $\rho_{\text{N}} = 1\,000 \text{ mg/l}$ .

Dissoudre  $7,215 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$  de nitrate de potassium ( $\text{KNO}_3$ ), (préalablement séché à  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant au moins  $2 \text{ h}$ ) dans environ  $750 \text{ ml}$  d'eau. Transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 litre et compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans une bouteille en verre pendant une durée ne dépassant pas 2 mois.

**3.7 Nitrate**, solution étalon,  $\rho_{\text{N}} = 100 \text{ mg/l}$ .

Transvaser à la pipette  $50 \text{ ml}$  de la solution mère (3.6) dans une fiole jaugée de  $500 \text{ ml}$  et compléter au volume étalon avec de l'eau.

Conserver cette solution dans une bouteille en verre pendant une durée ne dépassant pas 1 mois.

**3.8 Nitrate**, solution étalon d'essai,  $\rho_{\text{N}} = 1 \text{ mg/l}$ .

Dans une fiole jaugée de  $500 \text{ ml}$ , ajouter à la pipette  $5 \text{ ml}$  de la solution étalon de nitrate (3.7). Compléter au volume avec de l'eau. Préparer la solution au moment de l'emploi.

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Spectromètre**, permettant d'effectuer des mesurages à une longueur d'onde de  $415 \text{ nm}$  et équipé de cuves de  $40$  ou de  $50 \text{ mm}$  d'épaisseur.

**4.2 Capsules d'évaporation**, de faible volume (environ  $50 \text{ ml}$ ). Si ces capsules sont neuves ou ne sont pas couramment utilisées, les rincer soigneusement à l'eau avant l'essai et suivre la procédure indiquée dans les deux premiers alinéas de 6.3.2 pour les nettoyer.

**4.3 Bain d'eau bouillante**, pouvant recevoir au moins six capsules d'évaporation (4.2).

**4.4 Bain d'eau**, thermoréglable, pouvant maintenir une température de  $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

## 5 Échantillonnage et échantillons

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

## 6 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT** — Ce mode opératoire suppose l'utilisation de solutions concentrées d'acide sulfurique, d'acide acétique, d'hydroxyde de sodium et d'azoture de sodium. Il est indispensable de disposer d'une protection oculaire et de vêtements de protection pour manipuler ces réactifs. Ces derniers ne doivent jamais être pipetés à la bouche.

### 6.1 Prise d'essai

Le volume maximum de la prise d'essai pouvant servir au dosage des nitrates jusqu'à  $\rho_{\text{N}} = 0,2 \text{ mg/l}$  est de  $25 \text{ ml}$ . Utiliser des prises d'essai plus petites, le cas échéant, pour tenir

compte de concentrations plus élevées en nitrates. Avant de prélever la première prise d'essai, laisser décanter les échantillons pour laboratoire contenant des matières en suspension, les centrifuger ou les filtrer sur un papier filtre en fibres de verre lavé. Les échantillons présentant un pH supérieur à 8 doivent être neutralisés à l'acide acétique (3.2) avant le prélèvement de la prise d'essai.

**6.2 Essai à blanc**

Effectuer un essai à blanc, parallèlement au dosage, en utilisant 5,00 ml ± 0,05 ml d'eau à la place de la prise d'essai. Soit  $A_b$  unités l'absorbance mesurée.

**6.3 Étalonnage**

**6.3.1 Préparation de la série de solutions étalons**

Dans une série de capsules d'évaporation propres (4.2), introduire à la burette, respectivement, 1; 2; 3; 4 et 5 ml de la solution étalon d'essai de nitrate (3.8) correspondant respectivement à des quantités de nitrate de  $m(N) = 1; 2; 3; 4$  et  $5 \mu\text{g}$  dans les capsules respectives.

**6.3.2 Développement de la coloration**

Ajouter  $0,5 \text{ ml} \pm 0,005 \text{ ml}$  de solution d'azoture de sodium (3.4) et  $0,2 \text{ ml} \pm 0,002 \text{ ml}$  d'acide acétique (3.2). Attendre au moins 5 min, puis faire évaporer le mélange à sec dans le bain d'eau bouillante (4.3). Ajouter ensuite  $1 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$  de solution de salicylate de sodium (3.5), homogénéiser et faire à nouveau évaporer à sec. Retirer la capsule du bain d'eau et laisser refroidir à la température ambiante.

Ajouter  $1 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$  d'acide sulfurique (3.1), puis dissoudre le résidu dans la capsule en agitant légèrement. Laisser le mélange reposer pendant environ 10 min. Ajouter alors  $10 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$  d'eau, puis  $10 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$  de la solution d'alcali (3.3).

Transvaser quantitativement le mélange dans une fiole jaugée de 25 ml, sans compléter au volume. Placer la fiole dans le bain d'eau (4.4) à  $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant  $10 \text{ min} \pm 2 \text{ min}$ . Retirer la fiole et compléter au volume avec de l'eau.

**6.3.3 Mesurages spectrométriques**

Mesurer l'absorbance de la solution à 415 nm dans des cuves de 40 ou 50 mm d'épaisseur, par rapport à de l'eau dans la cuve de référence. Soit  $A_s$  unités l'absorbance mesurée.

NOTE — Les essais montrent que l'absorbance des solutions colorées demeure constante pendant au moins 24 h.

**6.3.4 Établissement de la courbe d'étalonnage**

Soustraire l'absorbance de l'essai à blanc des absorbances de chaque solution étalon et tracer la courbe d'étalonnage faisant apparaître l'absorbance en fonction de la masse de nitrate,  $m(N)$ , en microgrammes. Contrôler si la courbe est linéaire et passe par l'origine. Dans le cas contraire, répéter l'étalonnage.

**6.4 Dosage**

Introduire dans une petite capsule d'évaporation (4.2) la prise d'essai choisie (6.1) de volume  $V$  ml, tel que le prélèvement contienne une masse d'azote dû aux nitrates comprise entre  $m(N) = 1 \mu\text{g}$  et  $5 \mu\text{g}$ .

Poursuivre comme indiqué en 6.3.2 et 6.3.3.

**6.5 Correction tenant compte de l'absorption de la prise d'essai**

Si l'on sait, ou si l'on suppose, que l'absorption de la prise d'essai à la longueur d'onde d'analyse peut constituer une interférence (ce qui peut se produire avec des échantillons très colorés), effectuer les opérations prévues en 6.3.2 et 6.3.3 sur une seconde prise d'essai, en l'absence toutefois de solution de salicylate de sodium. Soit  $A_t$  l'absorbance mesurée.

**7 Expression des résultats**

**7.1 Calcul**

Calculer l'absorbance due aux nitrates dans la prise d'essai,  $A_r$ , à l'aide de l'équation

$$A_r = A_s - A_b$$

ou, si l'on a apporté une correction pour tenir compte de l'absorption de l'échantillon, à l'aide de l'équation

$$A_r = A_s - A_b - A_t$$

Dans les deux équations,  $A_s$ ,  $A_b$  et  $A_t$  correspondent respectivement à l'absorbance de l'échantillon, du blanc et à l'absorbance après correction (voir 6.2, 6.3.3 et 6.5).

Déduire de la courbe d'étalonnage (6.3.4) la masse de nitrate,  $m(N)$ , exprimée en microgrammes, correspondant à la valeur  $A_r$  de l'absorbance.

La teneur en nitrate de l'échantillon,  $\rho_N$ , exprimée en milligrammes par litre, est donnée par la formule

$$\frac{m(N)}{V}$$

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

**Tableau 1 — Tableau de conversion**

Nitrate	$c(\text{NO}_3)$	$\rho_{\text{NO}_3}$	$\rho_N$
	mmol/l	mg/l	mg/l
$c(\text{NO}_3) = 1 \text{ mmol/l}$	1	62	14,01
$\rho_{\text{NO}_3} = 1 \text{ mg/l}$	0,016 1	1	0,226
$\rho_N = 1 \text{ mg/l}$	0,071 4	4,427	1

Exemple :

$\rho_{\text{NO}_3} = 1 \text{ mg/l}$  correspond à  $\rho_N = 0,226 \text{ mg/l}$ .

## 7.2 Répétabilité et reproductibilité<sup>1)</sup>

Les écarts-types de répétabilité et reproductibilité sont indiqués dans le tableau 2.

## 8 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence à la présente partie de l'ISO 7890;
- b) l'identification précise de l'échantillon;

c) des informations concernant la conservation de l'échantillon de laboratoire avant l'analyse;

d) des résultats de répétabilité obtenus par le laboratoire par emploi de la méthode;

e) le résultat obtenu, exprimé sous forme  $\rho_N$ , en milligrammes par litre, ou sous forme  $\rho_{NO_3}$ , en milligrammes par litre ou  $c(NO_3)$ , en millimoles par litre;

f) toute modification du mode opératoire normalisé ou tout autre incident pouvant avoir agi sur le résultat.

Tableau 2 – Écarts-types de répétabilité et reproductibilité

Échantillon	Teneur en nitrates $\rho_N$	Volume de la prise d'essai	Écart-type <sup>*)</sup> Répétabilité	$\rho_N$ Reproductibilité
	mg/l		ml	mg/l
Solution étalon (solution à blanc)	0,00	25	0,001 à 0,005	—
Solution étalon	0,20	25	0,003 à 0,011	0,005 à 0,011
Eau de rivière	4,40	1,0	0,07 à 0,22	0,07 à 0,48
Eau de rivière	9,18	0,5	0,13 à 0,54	0,16 à 0,98
Eau de rivière	10,0	0,5	0,06 à 0,09	0,06 à 0,12

\*) Valeurs maximales et minimales obtenues par l'essai. Toutes les valeurs ont 9 degrés de liberté.

ISO 7890-3:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4f6e4aa-1480-42c8-86d4-7915576dc675/iso-7890-3-1988>

1) Résultats d'un essai interlaboratoire effectué au Royaume-Uni, et qui rassemblait quatre participants.

## Annexe A (normative)

### Effets des autres substances sur la méthode<sup>1)</sup>

Autres substance (exprimée en terme de la substance entre parenthèses)	Quantité de l'autre substance dans une prise d'essai de 25 ml	Effet en µgN de l'autre substance dans une prise d'essai de 25 ml	
	µg	$m(N) = 0,00 \mu\text{g}$ µg	$m(N) = 5,00 \mu\text{g}$ µg
Chlorure de sodium (Cl <sup>-</sup> )	10 000	+ 0,03	- 0,73
Chlorure de sodium (Cl <sup>-</sup> )	2 000	+ 0,01	- 0,16
Hydrogène-carbonate de sodium (HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	10 000	- 0,02	- 0,52
Hydrogène-carbonate de sodium (HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	2 000	- 0,03	- 0,18
Sulfate de sodium (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	10 000	+ 0,04	+ 0,16
Orthophosphate de sodium (PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> )	1 000	+ 0,30	- 0,73
Orthophosphate de sodium (PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> )	100	+ 0,11	+ 0,17
Silicate de sodium (SiO <sub>2</sub> )	250	+ 0,15	+ 0,30
Chlorure de calcium (Ca)	5 000	+ 0,23	+ 0,38
Chlorure de calcium (Ca)	2 500	+ 0,02	+ 0,14
Acétate de magnésium (Mg)	5 000	+ 0,14	+ 0,29
Acétate de magnésium (Mg)	2 500	- 0,05	+ 0,12
Sulfate de fer(III) (Fe)	20	+ 0,08	+ 0,02
Sulfate de manganèse(II) (Mn)	20	+ 0,92	+ 0,99
Sulfate de manganèse(II) (Mn)	5	+ 0,05	+ 0,13
Sulfate de zinc (Zn)	20	- 0,02	+ 0,07
Sulfate de cuivre (Cu)	20	+ 0,03	+ 0,19
Acétate de plomb	20	+ 0,02	+ 0,07
Sulfate d'aluminium (Al)	20	0,00	- 0,02
Fluorure de potassium (F <sup>-</sup> )	20	- 0,07	- 0,06
Chlorure d'ammonium (NH <sub>3</sub> exprimé en N)	500	- 0,12	- 0,17
Cyanure de potassium	20	+ 0,15	+ 0,01
Urée [CO (NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> ]	50	+ 0,04	+ 0,13

Si l'autre substance n'interférerait pas, les effets escomptés seraient (95 %) :

± 0,16 à  $m(N) = 0,00 \mu\text{g}$

± 0,20 à  $m(N) = 5,00 \mu\text{g}$

1) Indications fournies par le Royaume-Uni.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 7890-3:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4f6e4aa-1480-42c8-86d4-7915576dc675/iso-7890-3-1988>

---

**CDU 543.3 : 543.42 : 546.175**

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

Prix basé sur 4 pages

---