

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10048

Première édition
1991-11-01

**Qualité de l'eau — Dosage de l'azote —
Minéralisation catalytique après réduction avec
l'alliage de Devarda**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.itih.ai)
*Water quality — Determination of nitrogen — Catalytic digestion after
reduction with Devarda's alloy*

ISO 10048:1991

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/b835d9d9-820d-49c0-8ff2-b7e62d980a9b/iso-10048-1991>

NORME

ISO



Numéro de référence
ISO 10048:1991(F)

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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10048 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10048:1991
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b835d9d9-820d-49c0-8ff2-b7e62d980a9b/iso-10048-1991>

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Qualité de l'eau — Dosage de l'azote — Minéralisation catalytique après réduction avec l'alliage de Devarda

1 Domaine d'application

1.1 Substance dosée

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage de l'azote présent dans des échantillons d'eau sous forme d'ammonium, de nitrite, de nitrate et des composés organiques capables de se transformer en ammonium dans les conditions de cette méthode.

1.2 Type d'échantillon

La présente méthode est applicable aux eaux brutes et aux eaux polluées.

1.3 Étendue de dosage

Une concentration d'azote, ρ_N , allant jusqu'à 200 mg/l dans la prise d'essai peut être déterminée. En utilisant une prise d'essai de quantité plus faible, cette étendue du dosage peut être augmentée.

1.4 Limite de détection¹⁾

Avec une prise d'essai de 50 ml, la limite de détection est $\rho_N = 3$ mg/l en utilisant la méthode titrimétrique. Avec la méthode spectrométrique (voir 7.2, note 2), la limite de détection est $\rho_N = 1$ mg/l.

1.5 Sensibilité

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

1.6 Interférences

Des résultats erronés par défaut peuvent également être obtenus si le processus de minéralisation est trop prolongé. Pour minimiser cet effet, le mode

opérateur donné en 7.2 doit être soigneusement observé.

Certains composés organiques azotés sont connus comme étant difficiles à minéraliser. Le tableau 2 donne des informations sur la quantité d'azote recueillie à partir de divers composés.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 7150-1:1984, *Qualité de l'eau — Dosage de l'ammonium — Partie 1: Méthode spectrométrique manuelle.*

3 Principe

Réduction des composés oxydés de l'azote par l'alliage de Devarda en ions ammonium. Après évaporation presque à sec, transformation de tous les composés de l'azote en sulfate d'ammonium, en présence d'acide sulfurique concentré contenant une concentration élevée de sulfate de potassium, en vue d'élever le point d'ébullition du mélange, et en présence de cuivre comme catalyseur.

Libération de l'ammonium du mélange par ajout d'une base, puis distillation dans une solution d'acide borique/indicateur. Dosage de l'ion ammonium du distillat soit par titrimétrie avec de l'acide

1) Information en provenance de la Finlande.

titré, soit par spectrométrie à une longueur d'onde de 655 nm.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau exempte d'ammonium.

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

4.2 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml.

AVERTISSEMENT — Ce réactif provoque de graves brûlures.

De l'acide sulfurique de la plus grande pureté doit toujours être utilisé. Attacher une attention particulière aux spécifications du fabricant en ce qui concerne la teneur en azote et s'assurer que celle-ci est aussi faible que possible.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution à environ 300 g/l.

AVERTISSEMENT — Ce réactif provoque de graves brûlures.

Dissoudre $320 \text{ g} \pm 20 \text{ g}$ d'hydroxyde de sodium dans environ 800 ml d'eau. Refroidir à température ambiante et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

Conserver dans un flacon de polyéthylène.

4.4 Alliage de Devarda [environ 45 % (m/m) aluminium, 50 % (m/m) cuivre et 5 % (m/m) zinc], sous forme de poudre.

Choisir des produits disponibles dans le commerce, dont la teneur en azote est aussi faible que possible.

4.5 Sulfate de potassium (K_2SO_4).

4.6 Acide borique/solution d'indicateur.

4.6.1 Dissoudre $0,10 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ de vert de bromocrésol et $0,020 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ de rouge de méthyle dans environ 80 ml d'éthanol et diluer à 100 ml avec de l'éthanol dans une éprouvette graduée.

4.6.2 Dissoudre $20 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ d'acide borique (H_3BO_3) dans de l'eau chaude, refroidir à une température ambiante. Ajouter $10 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ de solution d'indicateur (4.6.1) et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une éprouvette graduée.

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

Cette solution doit être préparée par dilution de

l'acide chlorhydrique (4.1), puis titrée par les méthodes analytiques habituelles. Des solutions du commerce, dont la concentration est garantie, peuvent également être utilisées.

4.8 Solution de glycine, $\rho_{\text{N}} = 1\,000$ mg/l.

Dissoudre $5,362 \text{ g} \pm 0,002 \text{ g}$ de glycine ($\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$) dans environ 800 ml d'eau et diluer à 1 litre avec de l'eau dans une fiole graduée.

4.9 Solution de glycine, $\rho_{\text{N}} = 10$ mg/l.

À l'aide d'une pipette, transférer 10 ml de la solution (4.8) dans une fiole graduée de capacité 1 litre et compléter avec de l'eau. Préparer cette solution fraîchement pour chaque série d'analyse.

4.10 Nitrate de potassium, solution étalon mère, $\rho_{\text{N}} = 1\,000$ mg/l.

Dissoudre $7,215 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de nitrate de potassium (KHNO_3) (préalablement séché à 105°C pendant au moins 2 h) dans environ 750 ml d'eau. Transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

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

4.11 Nitrate de potassium, solution étalon, $\rho_{\text{N}} = 10$ mg/l.

Transvaser à la pipette 5 ml de la solution étalon mère (4.10) dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume avec de l'eau.

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

4.12 Granulés régulateurs d'ébullition.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Manchons chauffants ou **bloc chauffant**, capables de maintenir une température d'au moins 400°C .

5.2 Fioles de minéralisation Kjeldahl, d'une capacité comprise entre 100 ml et 250 ml, compatibles avec les manchons chauffants (5.1), ou **fioles de minéralisation**, d'une capacité comprise entre 100 ml et 250 ml, s'adaptant bien au bloc chauffant (5.1).

5.3 Appareil de distillation, comprenant une tête de distillation anti-projections et un réfrigérant vertical, dont une extrémité peut être immergée dans la solution adsorbante.

Si les fioles de minéralisation (5.2) ne sont pas conçues pour être rattachées directement à l'appareil de distillation, des ballons de distillation séparés sont nécessaires.

En variante, utiliser un appareillage pour l'entraînement à la vapeur. Un tel appareillage est disponible dans le commerce, mais il doit être vérifié pour s'assurer que de l'ammoniaque n'est ni perdu pendant la distillation, ni formé dans la vapeur d'eau générée pour la distillation.

6 Échantillonnage et échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés dans des flacons en polyéthylène ou en verre. Ils doivent être analysés dès que possible, ou conservés entre 2 °C ou 5 °C avant l'analyse.

NOTE 1 On peut également acidifier à pH 2 avec de l'acide sulfurique (4.2) pour faciliter la conservation, à condition d'éviter toute contamination de l'échantillon acidifié par absorption de l'ammoniac de l'atmosphère.

7 Mode opératoire

7.1 Essai à blanc

Procéder comme décrit en 7.2, mais en utilisant environ 50 ml d'eau au lieu de la prise d'essai. Noter le volume, V_2 , d'acide chlorhydrique (4.7) utilisé.

7.2 Dosage

AVERTISSEMENT — La minéralisation peut libérer du dioxyde de soufre gazeux toxique. Du sulfure d'hydrogène et/ou du cyanure d'hydrogène peuvent également être libérés par des échantillons pollués. La minéralisation devrait donc être effectuée sous une hotte aspirante efficace.

À l'aide d'une pipette, introduire 50 ml de l'échantillon pour laboratoire (voir note 2) dans la fiole Kjeldahl (5.2). Ajouter 4,0 ml \pm 0,1 ml d'acide sulfurique (4.2), 0,20 g \pm 0,01 g de l'alliage de Devarda (4.4) et 2,00 g \pm 0,05 g de sulfate de potassium (4.5).

Après au moins 60 min, ajouter quelques granulés régulateurs d'ébullition (4.12) et faire bouillir rapidement le contenu du ballon sous une hotte aspirante efficace. Le volume du contenu décroît au cours de l'ébullition.

Lorsque des fumées blanches commencent à apparaître, introduire un petit entonnoir à filtration dans le col de la fiole de minéralisation, afin de réduire l'évaporation. Ne pas porter à sec l'échantillon. À ce stade, la température du liquide ne doit pas dépasser 370 °C.

Après disparition des fumées, observer régulièrement le minéralisat et, lorsqu'il devient incolore ou légèrement vert, poursuivre le chauffage pendant 60 min \pm 5 min.

Après minéralisation, laisser la fiole de minéralisation refroidir à température ambiante. Pendant ce temps, prélever 20 ml \pm 2 ml de la solution d'acide borique/indicateur (4.6.2) et les introduire dans le flacon récepteur de l'appareil de distillation (voir note 3). S'assurer que l'extrémité du réfrigérant est sous la surface de la solution d'acide borique.

Ajouter avec précaution 10 ml \pm 1 ml d'eau dans la fiole de minéralisation. Avec une éprouvette graduée, ajouter ensuite 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3) et raccorder aussitôt la fiole à l'appareil de distillation (voir note 3).

Chauffer le ballon à distiller de façon à collecter le distillat à un débit d'environ 5 ml/min. Arrêter la distillation lorsqu'environ 30 ml ont été recueillis. Titrer le distillat jusqu'au virage au pourpre, en utilisant l'indicateur déjà présent dans le flacon récepteur (4.6.2), avec l'acide chlorhydrique à 0,02 mol/l (4.7) et noter le volume ajouté.

NOTES

2 L'échantillon pour laboratoire doit avoir une concentration d'azote inférieure à 200 mg/l. Des échantillons ayant des concentrations supérieures doivent être dilués avec de l'eau avant de procéder au prélèvement de la prise d'essai de 50 ml.

3 L'ion d'ammonium peut être déterminé dans le distillat par la méthode spectrométrique décrite dans l'ISO 7150-1. Cependant, il est indispensable de recueillir le distillat dans la solution d'acide borique/indicateur. L'article 10 de l'ISO 7150-1:1984 donne les détails de cette modification et du calcul modifié des résultats.

4 Lorsque la fiole est incompatible avec l'appareil de distillation, son contenu doit être transféré quantitativement dans un ballon à distiller adéquat, en utilisant un volume d'eau total de 10 ml \pm 2 ml et en rinçant trois fois.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

Calculer la concentration totale d'azote ρ_N , exprimée en milligrammes par litre, à l'aide de la formule

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

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (qui en général est de 50 ml, voir 7.2);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour le titrage (voir 7.2);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour le titrage à blanc (voir 7.1);

$c(\text{HCl})$ est la concentration exacte, exprimée en moles par litre, de l'acide hydrochlorique utilisé pour le titrage;

14,01 est la masse atomique relative de l'azote.

Exprimer le résultat soit en concentration en masse d'azote, ρ_N , en milligrammes par litre, soit en concentration de substance azotée, c_N , en micromoles par litre.

Pour convertir ρ_N en c_N , utiliser la formule

$$c_N = 71,4 \rho_N$$

8.2 Répétabilité et reproductibilité

Des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité ont été déterminés comme indiqué dans le tableau 1.

Tableau 1 — Écarts-types de répétabilité et de reproductibilité

Échantillon ¹⁾	Concentration d'azote ρ_N mg/l	Écarts-types	
		Répétabilité r mg/l	Reproductibilité R mg/l
4-Nitrophénol	20 ²⁾	0,12 à 0,48	0,36
4-Nitroaniline	20 ²⁾	0,12 à 1,98	0,78
Pyridine	20 ²⁾	0,30 à 5,1	2,24
Purine	20 ²⁾	0,06 à 1,06	0,29
Glutamate de sodium	20 ²⁾	0,20 à 1,58	0,74
A	5,30 ³⁾	0,127	0,657
A	5,67 ³⁾	0,125	0,743
B	6,99 ⁴⁾	0,091	0,573
B	7,98 ⁴⁾	0,199	0,583
B	21,8 ⁴⁾	0,37	0,93
B	14,8 ⁴⁾	0,45	0,92
B	23,35 ⁴⁾	0,93	3,18
C	9,84 ⁵⁾	0,57	1,93
D	206 ⁵⁾	3,3	7,6

1) A Eaux résiduelles d'une fabrique de pâte à papier; B Eaux usées de ville; C Eaux de surface; D Eaux résiduelles industrielles.

2) Données provenant d'essais effectués par 8 laboratoires en Finlande et en Allemagne.

3) Données provenant d'essais effectués par 14 laboratoires en Finlande.

4) Données provenant d'essais effectués par 17 laboratoires en Finlande.

5) Données provenant d'essais effectués par 12 laboratoires en Allemagne.

Tableau 2 — Quantité d'azote organique recueillie

Composé	Concentration d'azote	Quantité recueillie
	ρ_N mg/l	%
4-Nitrophénol	20	58,0 à 103,5 ¹⁾
4-Nitroaniline	20	90,8 à 133,8 ¹⁾
Pyridine	20	24,3 à 101,5 ¹⁾
Purine	20	82,2 à 108,0 ¹⁾
Benzonitrile	20	1,5 à 8,3 ¹⁾
Glutamate de sodium	20	79,2 à 97,4 ¹⁾
4-Nitrophénol + nitrate	30 ²⁾	85,2 à 97,4 ³⁾
4-Nitroaniline + nitrate	30 ²⁾	88,4 à 94,4 ³⁾
Pyridine + nitrate	30 ²⁾	77,6 à 87,9 ³⁾
Purine + nitrate	30 ²⁾	82,2 à 94,3 ³⁾

1) Plage des quantités recueillies d'un nombre de laboratoires compris entre 3 et 8.
2) 10 mg/l provenant du nitrate, 20 mg/l provenant du composé organique.
3) Résultats provenant de deux laboratoires.

l'échantillon pour laboratoire. De façon analogue, vérifier la quantité de nitrate recueillie avec la solution de nitrate (4.11) à la place de l'échantillon. Les concentrations d'azote obtenues pour ces solutions devraient se situer entre 9,5 mg/l et 10,5 mg/l. Si ceci n'est pas le cas, examiner à fond les dispositions du mode opératoire, afin de trouver la cause de la faible performance.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- la référence de la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- les détails sur le stockage et la conservation de l'échantillon pour laboratoire avant l'analyse;
- la répétabilité obtenue;
- les résultats et le mode d'expression utilisé;
- des détails sur toute autre information en rapport avec la présente Norme internationale.

9 Note sur le mode opératoire

ISO 10048:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b835d9d9-820d-49c0-8ff2-97662d78ca79/iso-10048-1991>

Pour vérifier la quantité d'azote recueillie, procéder en utilisant la solution de glycine (4.9) à la place de

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10048:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b835d9d9-820d-49c0-8ff2-b7e62d980a9b/iso-10048-1991>

CDU 614.777:556.114:546.17:543.242

Descripteurs: eau, qualité, analyse chimique, dosage, azote, méthode de Kjeldahl.

Prix basé sur 5 pages
