NORME INTERNATIONALE

ISO 11732

Première édition 1997-07-01

Qualité de l'eau — Détermination de l'azote ammoniacal par analyse en flux (CFA et FIA) et détection spectrométrique

Water quality — Determination of ammonium nitrogen by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11732:1997 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8186cd69-8806-4b16-8d78-ccf7c7311c50/iso-11732-1997



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.

Teh STANDARD PREV La Norme internationale ISO 11732 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, Qualité de l'eau, sous-comité SC 2, Méthodes physiques, chimiques et biochimiques.

Les annexes A à D de la présente Norme internationale sont données https://standards.iteh.ai/catalog/standards/standards/standards/standards/standards/standards/standards/standards/standards/standards/standards/standards uniquement à titre d'information de la titre de la 8d78-ccf7c7311c50/iso-11732-1997

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 Internet central@iso.ch X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

© ISO ISO ISO 11732:1997(F)

Introduction

Les méthodes d'analyse en flux permettent l'automatisation des modes opératoires en chimie humide et sont particulièrement appropriées à l'analyse d'un grand nombre de composants de l'eau en grandes séries d'échantillons à une fréquence élevée d'analyse (jusqu'à 100 échantillons par heure).

Une distinction est faite entre l'analyse avec injection de flux (FIA)[1][2] et l'analyse avec flux continu (CFA)[3]. Les deux méthodes ont en commun le dosage automatique de l'échantillon dans un dispositif en flux (manifold) dans lequel les composants de l'échantillon réagissent avec les réactifs pendant l'écoulement. La préparation de l'échantillon peut être intégrée dans le manifold. Le produit de réaction est analysé par spectrométrie dans un détecteur à flux.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11732:1997 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8186cd69-8806-4b16-8d78-ccf7c7311c50/iso-11732-1997

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11732:1997 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8186cd69-8806-4b16-8d78-ccf7c7311c50/iso-11732-1997

Qualité de l'eau — Détermination de l'azote ammoniacal par analyse en flux (CFA et FIA) et détection spectrométrique

1 Détermination de l'azote ammoniacal par analyse avec injection de flux (FIA) et détection photométrique

1.1 Objet

1.1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de l'azote ammoniacal dans différents types d'eaux (tels que l'eau souterraine, eau potable, eau de surface et eaux usées) en concentrations en masse dans la gamme allant de 0,1 mg/l à 10 mg/l (dans l'échantillon non dilué). Dans certains cas particuliers, le domaine d'application peut être adapté en faisant varier les conditions d'analyse.

1.1.2 Interférences

(standards.iteh.ai)

Les amines volatiles diffusent à travers la membrane et entraînent une modification du pH. Si les concentrations en amines volatiles (par exemple méthylamine ou éthylamine) et en ammonium sont égales, des résultats trop élevés peuvent être attendus^[12]. Dans certains cas significatifs, avant de commencer l'analyse, il peut être nécessaire de procéder à une distillation (en ligne) de l'échantillon ajusté à un pH de 5,8.

Dans les cas exceptionnels, des interférences peuvent se produire si l'échantillon n'atteint pas un pH d'au moins 12 après l'addition de réactif alcalin, car l'ammonium ne sera pas entièrement transformé en ammoniac. Ceci peut se produire dans le cas d'échantillons fortement acides et d'échantillons tampons. Dans ce cas, il convient d'adapter le pH de l'échantillon entre 3 et 5 par l'addition d'une solution d'hydroxyde de sodium (1.4.1 ou 1.4.2).

Les concentrations élevées en ions métalliques qui peuvent précipiter en hydroxydes donneront des résultats peu reproductibles. L'ajout d'un agent complexant approprié (par exemple l'acide éthylènediaminetétraacétique, sel disodique) à la solution de réactif alcalin (1.4.17), en concentration suffisante empêche une interférence par Cu, Zn, Fe, Ca, Mg et Al. Jusqu'à des concentrations individuelles en ions métalliques de 0,2 g/l, une concentration de 30 g/l d'acide éthylènediaminetétraacétique, sel disodique dans la solution R₁ (voir 1.4.17) est suffisante.

Dans le cas d'échantillons contenant des matières particulaires, voir 1.6 (dernier alinéa).

Il convient que les échantillons avec une teneur totale en sel de plus de 10 g/l soient dilués avant de procéder au mesurage.

1.2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent 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, les éditions indiquées étaient 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 les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre de Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 11732:1997(F) © ISO

ISO 3696:1987, Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.

ISO 5667-1:1980, Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.

ISO 5667-2:1991, Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général pour les techniques d'échantillonnage.

ISO 5667-3:1994, Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.

1.3 Principe

L'échantillon pour essai contenant de l'ammonium est introduit par une vanne d'injection dans un courant vecteur continu et mélangé avec un écoulement également continu d'une solution alcaline. L'ammoniac qui se forme est séparé de la solution dans une cellule de diffusion par une membrane hydrophobe semi-perméable et capté par un courant en flux contenant un indicateur de pH. La modification du pH entraîne une modification de la couleur de la solution indicatrice qui est surveillée en continu par le photomètre à flux. Des informations complémentaires sur cette technique d'analyse sont données en [4], [5], [6], [7] et [8].

1.4 Réactifs

À l'exception des réactifs indiqués en 1.4.4 à 1.4.6, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique, pour la détermination de l'azote ou, si non disponibles, des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 1, conformément à l'ISO 3696, fraîchement préparée. La teneur en ammonium du blanc doit être régulièrement vérifiée (voir 1.7.3).

- 1.4.1 Hydroxyde de sodium, solution I, c(NaOH) = 5 mol/s iteh ai)
- 1.4.2 Hydroxyde de sodium, solution II, c(NaOH) = 0.01 mol/l.
- 1.4.3 Acide éthylènediaminetétraacétique (EDTA), sel disodique monohydraté, Na₂C₁₀H₁₄N₂O₈,H₂O.
- 1.4.4 Pourpre de bromocrésol, C₂₁H₁₆Br₂O₅S.
- 1.4.5 Bleu de bromothymol, C₂₇H₂₈Br₂O₅S.
- **1.4.6 Rouge de crésol,** C₂₁H₁₈O₅S.
- 1.4.7 Chlorure d'ammonium, NH₄Cl, séché à 105 °C jusqu'à masse constante.
- 1.4.8 Chlorure de potassium, KCl.
- 1.4.9 Acide borique, H₃BO₃.
- **1.4.10 Éthanol**, C₂H₅OH, à 95 % en volume.
- **1.4.11** Acide chlorhydrique, solution I, c(HCI) = 0.01 mol/l.
- **1.4.12** Acide chlorhydrique, solution II, c(HCI) = 0.1 mol/l.
- **1.4.13** Acide chlorhydrique, solution III, c(HCI) = 1.0 mol/l.
- **1.4.14** Acide sulfurique, $\rho(H_2SO_4) = 1.84$ g/ml.

1.4.15 Indicateur mixte

Dans un mortier, mélanger à sec 10 g de pourpre de bromocrésol (1.4.4), 5 g de bleu de bromothymol (1.4.5), 2,5 g de rouge de crésol (1.4.6) et 45 g de chlorure de potassium (1.4.8).

Les quantités indiquées peuvent être réduites (par exemple à un dixième), tout en maintenant le rapport.

1.4.16 Solution vecteur, C (voir figure 1)

Utiliser une eau dégazée sous pression réduite de qualité 1 (ISO 3696).

1.4.17 Solution de réactif alcalin, R₁ (voir figure 1)

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 30 g d'EDTA, sel disodique (1.4.3) dans environ 800 ml d'eau et ajouter 12,4 g d'acide borique (1.4.9).

Ajouter goutte à goutte 100 ml de solution I d'hydroxyde de sodium (1.4.1) à la suspension et compléter au volume avec de l'eau.

Dégazer la solution en filtrant sur l'appareil de filtration sur membrane (voir 1.5.2).

Le pH de la solution sera d'environ 13. Elle peut se conserver 1 mois dans un flacon en polyéthylène à température ambiante.

1.4.18 Solution d'indicateur

Dans une fiole jaugée de 200 ml, dissoudre 1 g d'indicateur mixte (1.4.15) dans un mélange de 10 ml de solution II d'hydroxyde de sodium (1.4.2) et de 10 ml d'éthanol (1.4.10).

Ajouter environ 150 ml d'eau.

La solution a une couleur rouge orangée claire. Si elle présente une couleur bleue, ajouter goutte à goutte de la solution III d'acide chlorhydrique (1.4.13) jusqu'à modification de la couleur.

Compléter au volume avec de l'eau.

standards.iteh.ai)

Éliminer par filtration les particules non dissoutes.

Cette solution peut se conserver 3 mois dans un flacon en verre brun à température ambiante.

1.4.19 Solution réceptrice d'ammoniac, R₂ (voir figure 1)

Ajouter environ 480 ml d'eau à 10 ml de solution d'indicateur (1.4.18).

Ajouter goutte à goutte la solution II d'hydroxyde de sodium (1.4.2) jusqu'à l'obtention d'une valeur d'absorbance de 0,45 à 0,6 (cuve de 1 cm de parcours optique, longueur d'onde de 590 nm). Compléter à 500 ml avec de l'eau.

Dégazer et purifier la solution en filtrant sur l'appareil de filtration sur membrane (voir 1.5.2), la verser dans le réservoir de réactifs et la laisser reposer pendant au moins 2 h.

Juste avant de commencer le mesurage (1.7), vérifier de nouveau l'absorbance et ajuster si nécessaire à la gamme d'absorbance spécifiée en ajoutant de la solution II d'hydroxyde de sodium (1.4.2) ou de la solution I, II ou III d'acide chlorhydrique (1.4.11 à 1.4.13).

La solution peut se conserver 2 semaines dans un flacon en verre à température ambiante.

1.4.20 Solution mère ammonium, $\rho_B(N) = 1 000 \text{ mg/l}.$

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 3,819 g de chlorure d'ammonium (1.4.7) dans environ 900 ml d'eau, acidifier avec l'acide sulfurique (1.4.14) jusqu'à pH 2 et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée au réfrigérateur pendant au moins 3 mois.

1.4.21 Solution étalon I d'ammonium, $\rho_B(N) = 100 \text{ mg/l.}$

Prélever, à la pipette, 10 ml de la solution mère d'ammonium (1.4.20), la placer dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter environ 80 ml d'eau, acidifier avec l'acide sulfurique (1.4.14) jusqu'à pH 2 et compléter au volume avec de l'eau.

ISO 11732:1997(F) © ISO

Cette solution peut être conservée au réfrigérateur pendant au moins 1 semaine.

1.4.22 Solution étalon II d'ammonium, $\rho(N) = 10 \text{ mg/l.}$

Prélever, à la pipette, 1 ml de la solution mère d'ammonium (1.4.20) ou 10 ml de la solution étalon I d'ammonium (1.4.21), la placer dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter environ 80 ml d'eau, acidifier avec l'acide sulfurique (1.4.14) jusqu'à pH 2 et compléter au volume avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée au réfrigérateur au moins 1 semaine.

1.4.23 Solutions d'étalonnage

Préparer les solutions d'étalonnage en diluant la solution étalon I ou II d'ammonium (1.4.21 ou 1.4.22). Il est recommandé de préparer au moins cinq solutions d'étalonnage par domaine de travail. Pour les domaines de travail I et II, procéder respectivement comme suit:

a) Domaine de travail I [pour des concentrations en masse, $\rho_B(N)$, allant de 1 mg/l à 10 mg/l]:

Dans des fioles jaugées de 100 ml, déposer, à la pipette, respectivement 1 ml, 3 ml, 5 ml, 7 ml et 9 ml de la solution étalon I d'ammonium (1.4.21) et compléter au volume avec de l'eau.

La concentration en masse d'azote ammoniacal de ces solutions d'étalonnage s'élève respectivement à 1 mg/l, 3 mg/l, 5 mg/l, 7 mg/l et 9 mg/l.

b) Domaine de travail II [pour des concentrations en masse, $\rho_B(N)$, allant de 0,1 mg/l à 1,0 mg/l]:

Dans des fioles jaugées de 100 ml, déposer, à la pipette, respectivement 1 ml, 3 ml, 5 ml, 7 ml et 9 ml de la solution étalon II d'ammonium (1.4.22) et compléter au volume avec de l'eau.

La concentration en masse d'azote ammoniacal de ces solutions d'étalonnage s'élève respectivement à 0,1 mg/l, 0,3 mg/l, 0,5 mg/l, 0,7 mg/l et 0,9 mg/l.

(standards.iteh.ai)

Préparer toutes les solutions d'étalonnage juste avant leur emploi.

ISO 11732:1997

1.5 Appareillage

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8186cd69-8806-4b16-8d78-ccf7c7311c50/iso-11732-1997

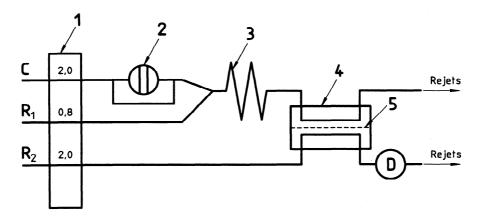
1.5.1 Dispositif d'analyse avec injection de flux

Le dispositif se compose généralement des éléments suivants (voir figure 1):

- réservoirs de réactifs;
- pompe à faible pulsation;
- si nécessaire, tubes de pompage appropriés;
- vanne d'injection de volume d'injection approprié;
- cellule de diffusion avec membrane hydrophobe semi-perméable [par exemple en polytétrafluoroéthylène (PTFE)].

NOTE — Exemple de membrane type:

- épaisseur: 150 μm à 200 μm;
- taille des pores: 0,5 μm à 2,0 μm;
- porosité: 75 %.
- tubes de circulation et bobines de mélange, de 0,5 mm à 0,8 mm de diamètre intérieur, avec des raccords de tubes et pièces en T en matière plastique inerte, avec des volumes morts minimaux;
- détecteur spectrophotométrique, longueur usuelle de la cuve 10 mm à 50 mm, domaine de longueurs d'ondes de 580 nm à 600 nm;
- unité enregistreuse (par exemple traceur, intégrateur ou imprimante). En général, les signaux de hauteur de pic sont évalués;
- si nécessaire, échantillonneur automatique.



Durée d'injection: 20 s à 25 s Temps de séjour: environ 45 s

Légende

- C Solution vecteur
- R₁ Réactif alcalin
- R₂ Solution réceptrice d'ammoniac
- D Détecteur 580 nm à 600 nm
- 1 Pompe (débit en ml/min)

- 2 Injecteur 40 μ l [domaine de travail II: $\rho_{\rm B}({\rm N})$ de 0,1 mg/l à 1,0 mg/l] 400 μ l [domaine de travail I: $\rho_{\rm B}({\rm N})$ de 1 mg/l à 10 mg/l]
- 3 Bobine de mélange longueur: 30 cm/Ø int. 0,5 mm à 0,8 mm
- 4 Cellule de diffusion des gaz
- 5 Membrane en PTFE

Figure 1 — Exemple de dispositif d'analyse avec injection de flux pour des concentrations en azote ammoniacal allant de 0,1 mg/l à 10 mg/l

(standards.iteh.ai)

1.5.2 Appareillage complémentaire

- fioles jaugées, de 100 ml, 200 ml et 1 000 ml de capacités nominales;
- pipettes graduées, de 1 ml à 10 ml de capacités nominales;
- appareil de filtration sur membrane, avec membranes filtrantes, de 0,45 μm de taille de pores.

1.6 Échantillonnage

Des flacons en verre, en polyalkylène et en polytétrafluoroéthylène (PTFE) sont appropriés pour le prélèvement de l'échantillon. Tous les récipients qui entrent en contact avec l'échantillon doivent être lavés soigneusement à l'acide chlorhydrique, solution I, II ou III (1.4.11 à 1.4.13), et doivent être rincés plusieurs fois à l'eau.

Analyser les échantillons aussitôt après le prélèvement. Sinon ajuster le pH à environ 2 avec de l'acide sulfurique (1.4.14). Conserver à l'obscurité entre 2 °C et 5 °C et analyser dans les 24 h.

Exceptionnellement, l'échantillon peut être conservé jusqu'à 2 semaines après acidification et filtration sur membrane. Vérifier la fiabilité de cette méthode de conservation pour chaque cas individuel.

S'il y a risque d'obstruction des tubes de circulation, effectuer une filtration de l'échantillon avant l'analyse.

1.7 Mode opératoire

1.7.1 Préparation du mesurage

Avant de procéder au mesurage, faire passer sans interruption pendant environ 10 min les réactifs C, R₁ et R₂ à travers le dispositif avec injection de flux. Noter la ligne de base et compenser à zéro.

ISO 11732:1997(F) © ISO

Le dispositif est prêt à fonctionner dès que la ligne de base n'indique plus de dérive. Il convient d'atteindre une relation signal/bruit satisfaisante. Effectuer un contrôle de la valeur à blanc et du fonctionnement de la membrane comme indiqué en 1.7.3. Procéder à l'étalonnage comme indiqué en 1.7.4.

1.7.2 Exigences de qualité du système de mesurage

Une solution d'étalonnage (1.4.23) avec une concentration de 0,5 mg/l doit atteindre une absorbance d'au moins 0,040 pour 10 mm de parcours optique dans le dispositif de mesurage étalonné pour le domaine de travail l.

NOTE — Si le détecteur spectrophotométrique (1.4.1) n'indique pas de valeurs d'absorbance, l'absorbance peut être évaluée en effectuant, par exemple, une comparaison avec un spectromètre externe mesurant l'absorbance.

1.7.3 Contrôle de la valeur à blanc du réactif

Attendre la stabilisation de la ligne de base.

Au lieu de la solution de réactif alcalin R₁, faire circuler de l'eau dans le dispositif jusqu'à ce qu'un signal stable soit obtenu. Enregistrer la modification de l'absorbance.

Si l'absorbance varie de plus de 0,1 pour 10 mm de parcours optique, l'eau utilisée ou la solution de réactif alcalin peuvent être contaminées avec de l'ammonium ou la membrane semi-perméable est défectueuse. Prendre les mesures nécessaires pour y remédier.

Ensuite, faire passer de nouveau les réactifs.

1.7.4 Étalonnage

Choisir le domaine de travail I ou II et préparer les solutions d'étalonnage (1.4.23) correspondantes au domaine choisi. Effectuer un étalonnage séparé pour chacun des domaines de travail.

Pour le domaine de travail I, utiliser un volume d'injection de 40 μΙ, et pour le domaine de travail II, un volume de 40 μΙ.

Avant de commencer l'étalonnage, compenser à zéro, si nécessaire selon les instructions du constructeur.

Étalonner par injection séquentielle des solutions d'étalonnage et de la solution à blanc.

Déterminer les valeurs de mesurage correspondant aux solutions d'étalonnages. Respecter les instructions du constructeur si elles ne sont pas en contradiction avec les spécifications de la présente Norme internationale.

Les conditions d'essai pour l'étalonnage et le mesurage des échantillons (1.7.5) sont identiques. L'amplitude du signal mesuré est proportionnelle à la concentration en masse d'azote ammoniacal.

Établir la courbe d'étalonnage de la série de mesures obtenue, en appliquant l'équation générale suivante (1):

$$y = b\rho + a \qquad \qquad \dots (1)$$

οù

- y est la valeur mesurée, en unités correspondant à l'appareil;
- b est la pente de la fonction d'étalonnage, en unités correspondant à l'appareil x litres par milligramme;
- ho est la concentration en masse d'azote ammoniacal dans les solutions d'étalonnage, en milligrammes par litre;
- a est l'ordonnée à l'origine de la fonction d'étalonnage, en unités correspondant à l'appareil.

L'annexe B montre des exemples de courbes d'étalonnage.

Procéder comme décrit en 1.7.5.

1.7.5 Mesurage de l'échantillon

Analyser les échantillons à l'aide du dispositif d'analyse avec injection de flux (1.5.1) de la même manière que pour les solutions d'étalonnage.

Si les concentrations en masse dépassent le domaine de travail choisi, diluer l'échantillon ou l'analyser dans un autre domaine de travail.

Contrôler la validité de la fonction d'étalonnage du domaine de travail respectif après chaque série de mesurages d'échantillons, mais au plus tard après 10 à 20 mesurages d'échantillons, en utilisant une solution d'étalonnage différente pour la partie inférieure et pour la partie supérieure du domaine de travail. Si nécessaire, procéder à un nouvel étalonnage.

1.8 Évaluation

Déterminer la concentration en masse du composé à analyser dans la solution de mesurage à partir de la valeur mesurée obtenue comme indiqué en 1.7.5 et en utilisant la fonction d'étalonnage [équation (1) de 1.7.4].

Pour l'évaluation, utiliser la fonction d'étalonnage appropriée. Ne pas extrapoler au-delà du domaine de travail choisi. Calculer ρ_B en utilisant l'équation (2):

$$\rho_{\mathsf{B}} = \frac{y - a}{b} \qquad \qquad \dots (2)$$

TANDARD PREVIEW

οù

 $\rho_{\rm B}$ est la concentration en masse d'azote ammoniacal dans l'échantillon, en milligramme par litre.

y, a et b sont définis dans l'équation (1).

(standards.iteh.ai)
Toutes les opérations de dilution doivent être prises en compte dans le calcul.

ISO 11722-1005

2 Détermination de l'azote ammoniacal par analyse avec flux continu (CFA) et détection photométrique

2.1 Objet

2.1.1 Domaine d'application

Voir 1.1.1.

2.1.2 Interférences

Les amines de faible masse moléculaire réagissent de façon similaire à l'ammoniac et en conséquence conduiront à des résultats élevés erronés [12].

Des interférences peuvent se produire après l'addition de tous les réactifs, si le mélange réactif n'atteint pas un pH d'au moins 12,6. Ceci se produit principalement avec des échantillons fortement acides et des échantillons tampons, qu'il convient de plus ou moins neutraliser avant l'analyse.

Les concentrations élevées en ions métalliques, qui peuvent précipiter en hydroxydes, entraînent des résultats peu reproductibles.

Pour éliminer au mieux une matrice organique interférente (composés de masses moléculaires élevées), l'échantillon peut être dialysé, par exemple au moyen d'un procédé en ligne. On peut également filtrer l'échantillon sur charbon actif, sous réserve qu'une modification de la concentration en ammonium de l'échantillon soit exclue.

Les matières particulaires des échantillons peuvent entraîner des obstructions des tubes de circulation et gêner le mesurage spectrophotométrique. Dans le cas de grosses particules (> 0,1 mm), il peut être nécessaire de filtrer l'échantillon sur membrane; les particules plus petites peuvent être éliminées par dialyse.