

---

---

**Qualité du sol — Dosage des nitrates,  
des nitrites et de l'ammonium dans des  
sols bruts par extraction avec une  
solution de chlorure de potassium —**

Partie 2:

**Méthode automatisée avec analyse en  
flux segmenté**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Soil quality — Determination of nitrate, nitrite and ammonium  
in field-moist soils by extraction with potassium chloride solution —*

*Part 2: Automated method with segmented flow analysis*  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6756dec86428/iso-14256-2-2005>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 14256-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c6c0bd1-c3a4-4f19-ab2a-6756dec86428/iso-14256-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c6c0bd1-c3a4-4f19-ab2a-6756dec86428/iso-14256-2-2005>

© ISO 2005

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	1
4 <b>Réactifs</b> .....	1
5 <b>Appareillage</b> .....	4
6 <b>Échantillonnage</b> .....	4
6.1 <b>Manipulation des échantillons de sol</b> .....	4
6.2 <b>Préparation de l'échantillon de laboratoire</b> .....	5
7 <b>Mode opératoire</b> .....	5
7.1 <b>Extraction</b> .....	5
7.2 <b>Dosage cumulé des nitrates et des nitrites</b> .....	6
7.3 <b>Dosage des nitrites</b> .....	7
7.4 <b>Dosage de l'ammonium</b> .....	8
8 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	9
8.1 <b>Azote nitreux et azote nitrique</b> .....	9
8.2 <b>Azote nitrique</b> .....	10
8.3 <b>Azote ammoniacale</b> .....	10
9 <b>Rapport d'essai</b> .....	10
<b>Bibliographie</b> .....	12

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 14256-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

L'ISO 14256 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité du sol — Dosage des nitrates, des nitrites et de l'ammonium dans des sols bruts par extraction avec une solution de chlorure de potassium*:

- *Partie 1: Méthode manuelle*
- *Partie 2: Méthode automatisée avec analyse en flux segmenté*

# Qualité du sol — Dosage des nitrates, des nitrites et de l'ammonium dans des sols bruts par extraction avec une solution de chlorure de potassium —

## Partie 2: Méthode automatisée avec analyse en flux segmenté

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14256 décrit une méthode automatisée permettant de doser les nitrates, les nitrites et l'ammonium dans un extrait de sol brut par une solution de chlorure de potassium à 1 mol/l.

La présente partie de l'ISO 14256 s'applique à tous les types de sols homogénéisés à l'aide de méthodes appropriées.

iTeh STANDARD PREVIEW

### 2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

### 3 Principe

Les échantillons de sol homogénéisés sont extraits au moyen d'une solution de chlorure de potassium à 1 mol/l. Les concentrations des composés minéraux de l'azote, à savoir le nitrate, le nitrite et l'ammonium, sont déterminées dans les extraits par des méthodes spectrophotométriques automatisées.

NOTE La méthode de dosage spécifiée dans la présente partie de l'ISO 14256 est fondée sur les systèmes d'analyse en flux segmenté. Les systèmes d'analyse en flux continu peuvent également convenir.

### 4 Réactifs

Sauf indication contraire, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue.

**4.1 Eau**, conforme à la qualité 2 de l'ISO 3696, ayant une conductivité n'excédant pas 0,2 mS/m à 25 °C.

**4.2 Chlorure d'ammonium**, (NH<sub>4</sub>Cl).

**4.3 Chlorure de potassium**, KCl.

- 4.4 Citrate de sodium dihydraté,  $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2 H_2O$ .
- 4.5 Hydroxyde de sodium, NaOH.
- 4.6 Nitrate de potassium,  $KNO_3$ .
- 4.7 Nitrite de sodium,  $NaNO_2$ .
- 4.8 Salicylate de sodium,  $C_7H_5O_3Na$ .
- 4.9 Sulfanilamide,  $C_6H_8N_2O_2S$ .
- 4.10 Sulfate d'ammonium,  $(NH_4)_2SO_4$ .
- 4.11 Tartrate double de sodium et de potassium tétrahydraté,  $C_4H_4KNaO_6 \cdot 4 H_2O$ .
- 4.12 Acide chlorhydrique,  $c(HCl) = 1 \text{ mol/l}$ .
- 4.13 Acide phosphorique,  $w(H_3PO_4) = 85 \%$ .
- 4.14 N-(1-Naphthyl) éthylènediamine dichlorhydrate,  $C_{12}H_{16}N_2Cl_2$ .
- 4.15 Nitroferrocyanure de sodium dihydraté,  $Na_2[Fe(CN)_5NO] \cdot 2 H_2O$ .
- 4.16 Dichloroisocyanurate de sodium dihydraté,  $C_3Cl_2N_3NaO_3 \cdot 2 H_2O$ .
- 4.17 Polyoxyéthylène lauryl éther <sup>1)</sup> (30 %), agent mouillant.

Il convient de ne pas conserver la solution d'agent mouillant au-delà de 6 mois.

- 4.18 Poudre de cadmium à gros grains (grosseur de particules de 0,3 mm à 0,8 mm).
- 4.19 Solution (I) de chlorure de potassium,  $c(KCl) = 1 \text{ mol/l}$ .

Dissoudre 74,55 g de chlorure de potassium (4.3) dans de l'eau (4.1). Compléter à 1 l avec de l'eau (4.1).

- 4.20 Solution (II) de chlorure de potassium,  $c(KCl) = 2 \text{ mol/l}$

Dissoudre 149,10 g de chlorure de potassium (4.3) dans de l'eau (4.1). Ajuster à 1 l avec de l'eau (4.1).

- 4.21 Solution d'hydroxyde d'ammonium,  $w(NH_4OH) = 3 \%$ .

- 4.22 Solution de sulfate de cuivre(II),  $\rho(CuSO_4) = 20 \text{ g/l}$ .

- 4.23 Solution mère d'ammonium,  $\rho(NH_4-N) = 200 \text{ mg/l}$ .

Dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre 0,943 9 g de sulfate d'ammonium (4.10) et compléter au trait de jauge avec de l'eau (4.1).

NOTE Cette solution reste stable au moins un mois si elle est stockée au réfrigérateur à 4 °C.

---

1) Le polyoxyéthylène lauryl éther est commercialisé sous l'appellation Brij-35. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

**4.24 Solution mère de nitrate**,  $\rho$  (NO<sub>3</sub>-N) = 375 mg/l.

Dissoudre 2,708 3 g de nitrate de potassium (4.6) dans de l'eau et ajuster à 1 l avec de l'eau (4.1).

NOTE Cette solution reste stable au moins six mois si elle est stockée au réfrigérateur à 4 °C.

**4.25 Solution mère de nitrite**,  $\rho$  (NO<sub>2</sub>-N) = 300 mg/l.

Dissoudre 1,479 g de nitrite de sodium (4.7) dans de l'eau et ajuster à 1 l avec de l'eau (4.1).

NOTE Cette solution reste stable au moins six mois si elle est stockée au réfrigérateur à 4 °C.

**4.26 Solution de nitroferrocyanure de sodium**

Dissoudre 1 g de nitroferrocyanure de sodium dihydraté (4.15) dans 1 l d'eau (4.1).

**4.27 Solution de dichloroisocyanurate de sodium**

Dissoudre 2 g de dichloroisocyanurate de sodium (4.16) et 25 g d'hydroxyde de sodium (4.5) dans 1 l d'eau (4.1).

**4.28 Solution tampon (I)**

Dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre 25 g de chlorure d'ammonium (4.2) dans un peu d'eau. Ajouter 12,5 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (4.21) et 1 ml d'agent mouillant (4.17). Compléter au trait de jauge avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

Le pH de cette solution doit être compris entre 6 et 8.

**4.29 Solution tampon (II)**, pH = 5,2

ISO 14256-2:2005

Dans un récipient en verre de 1 l contenant environ 500 ml d'eau (4.1), dissoudre 24 g de citrate de sodium dihydraté (4.4) et 33 g de tartrate double de sodium et de potassium tétrahydraté (4.11). Ajuster le pH de la solution à pH 5,2 en ajoutant de l'acide chlorhydrique (4.12) (approximativement 20 ml sont nécessaires). Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Ajouter 1 ml d'agent mouillant (4.17).

**4.30 Réactif de réduction au Cd-Cu**

Mélanger, en agitant, environ 5 g de poudre de cadmium (4.18) pendant 1 min avec environ 30 ml d'acide chlorhydrique (4.12). Laver avec de l'eau jusqu'à disparition de l'acide. Ensuite, ajouter environ 50 ml de solution de sulfate de cuivre(II) (4.22) et agiter pendant 3 min. Rincer au moins dix fois à l'eau pour éliminer le cuivre floclé. Stocker le réactif de réduction au Cd-Cu à l'abri de la lumière.

**4.31 Réactif de coloration (I)**

Dans une fiole jaugée de 1 l contenant déjà environ 800 ml d'eau (4.1), dissoudre 80 g de salicylate de sodium (4.8) et 25 g d'hydroxyde de sodium (4.5) puis compléter au trait de jauge avec de l'eau.

**4.32 Réactif de coloration (II)**

Dans une fiole jaugée de 1 l, ajouter 150 ml d'acide phosphorique concentré (4.13) à 0,5 l d'eau (4.1). Ajouter 0,5 g de *N*-(1-naphthyl) éthylènediamine dichlorhydrate (4.14) et agiter jusqu'à dissolution. Ensuite, dissoudre 10 g de sulfanilamide (4.9) dans ce mélange et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

## 5 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire, et plus particulièrement ce qui suit.

- 5.1 **Balances**, ayant une résolution de 0,1 g et 0,001 g.
- 5.2 **Flacons**, en polyéthylène, d'un volume nominal de 500 ml, avec bouchons à vis, ou tout autre récipient approprié qui n'absorbe ni n'introduit de nitrites et d'ammonium dans la solution.
- 5.3 **Agitateur**, rotatif par retournements, de fréquence 40 min<sup>-1</sup>.
- 5.4 **Centrifugeuse**, pouvant contenir des tubes d'un volume nominal de 100 ml.
- 5.5 **Tubes de centrifugeuse**, en polyéthylène, d'un volume nominal de 100 ml.
- 5.6 **Fioles**, en verre, coniques, d'un volume nominal de 100 ml.
- 5.7 **Système d'analyse en flux segmenté (SAFS) pour le dosage cumulé des nitrates et des nitrites**, consistant en un échantillonneur, une pompe, une colonne de réduction, un module analytique pour le dosage des nitrates, un photomètre, un dispositif d'enregistrement. Le schéma d'un système approprié de SAFS est représenté à la Figure 1.

NOTE Ce diagramme peut nécessiter une adaptation en fonction du système utilisé.

- 5.8 **Système d'analyse en flux segmenté (SAFS) pour le dosage des nitrites**, consistant en un échantillonneur, une pompe, un module d'analyse des nitrites, un photomètre, un dispositif d'enregistrement. Le schéma d'un système approprié de SAFS est représenté à la Figure 2.

NOTE Ce diagramme peut nécessiter une adaptation en fonction du système utilisé.

- 5.9 **Système d'analyse en flux segmenté (SAFS) pour le dosage de l'ammonium**, consistant en un échantillonneur, une pompe, un module analytique pour le dosage de l'ammonium, un photomètre et un dispositif d'enregistrement. Le schéma d'un système approprié de SAFS est représenté à la Figure 3.

NOTE Ce diagramme peut nécessiter une adaptation en fonction du système utilisé.

- 5.10 **Tube de réduction au Cu-Cd**, consistant en un tube de verre en forme de U (ou selon les recommandations du fabricant), d'environ 15 cm de longueur et de 2 mm de diamètre intérieur, doté d'adaptateurs pour le raccordement aux tubes du SAFS.

NOTE Il est possible de se le procurer déjà rempli de cadmium auprès du fabricant du système de SAFS ou de le fabriquer soi-même (voir 4.28, 4.30 et 7.2.2).

## 6 Échantillonnage

### 6.1 Manipulation des échantillons de sol

Les échantillons doivent être protégés contre tout réchauffement au cours de l'échantillonnage.

Le transport au laboratoire doit être organisé de sorte qu'il ne se produise pas de réchauffement. Il est recommandé d'utiliser une glacière, en particulier à la fin du printemps et en été.

Si les échantillons sont analysés dans les trois jours, il suffit de les maintenir à 4 °C. Sinon, il convient de les stocker à -20 °C (congelés), ce qui permet de les conserver durant plusieurs semaines sans modification significative de leur teneur en azote minéral.



Lorsque la teneur en azote minéral est déterminée sur des échantillons de sol congelés, la température et la durée du processus de décongélation doivent être contrôlées. Les échantillons peuvent être décongelés à la température ambiante s'ils sont homogénéisés et extraits dans les 4 h qui suivent le début de la décongélation. Une décongélation à 4 °C est également possible, mais il convient qu'elle ne dure pas plus de 48 h.

Le laps de temps nécessaire à la décongélation dépend, dans une large mesure, de la taille de l'échantillon. Il est recommandé que l'échantillon soit aussi petit que possible pratiquement avant congélation.

## 6.2 Préparation de l'échantillon de laboratoire

L'échantillon de laboratoire est obtenu par homogénéisation de l'échantillon de sol initial ou de l'échantillon de sol congelé, puis décongelé. L'homogénéisation peut être réalisée en mélangeant intimement la totalité de l'échantillon de sol à la main ou par voie mécanique, à l'aide d'un dispositif approprié garantissant que les agrégats de sol sont divisés en particules de moins de 5 mm de diamètre.

Porter des gants en caoutchouc en cas de mélange du sol à la main.

Utiliser une partie de l'échantillon de laboratoire pour déterminer sa teneur en eau conformément à l'ISO 11465.

Si les échantillons de sol ne peuvent pas être analysés dans les délais indiqués ci-dessus pour les échantillons de sol frais, et s'ils doivent être congelés, il est recommandé de les homogénéiser avant congélation et de ne congeler que la quantité de sol nécessaire à l'analyse (voir 7.1).

## iTeh STANDARD PREVIEW

### 7 Mode opératoire (standards.iteh.ai)

#### 7.1 Extraction

[ISO 14256-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c6c0bd1-c3a4-4f19-ab2a-6756dec86428/iso-14256-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c6c0bd1-c3a4-4f19-ab2a-6756dec86428/iso-14256-2-2005>

##### 7.1.1 Généralités

Le sol brut est extrait avec une solution de chlorure de potassium à 1 mol/l (4.19), dans un rapport de 1:5 (concentration massique) à 20 °C ± 2 °C. Au bout de 1 h d'extraction, la solution est centrifugée en vue de la détermination des composés minéraux de l'azote dans la solution de surnageant. L'extraction est réalisée à une température quasi constante de 20 °C ± 2 °C, car la quantité d'azote ammoniacal extractible est influencée par la température au cours de l'extraction.

Dans d'autres conditions climatiques, une autre température constante peut être choisie. Il convient de mentionner la température d'extraction utilisée dans le rapport d'essai.

La centrifugation est préférable car la plupart des papiers-filtres absorbent l'ammonium ou subissent une contamination. Lors de la filtration des extraits, il conviendra de conserver les papiers-filtres pendant au moins une semaine dans un dessiccateur, au-dessus d'une certaine quantité d'acide sulfurique concentré ou d'un agent desséchant contenant de l'acide sulfurique. Les premiers 20 ml de filtrat obtenus doivent être éliminés.

Un autre moyen d'obtenir des solutions de surnageant limpide consiste à laisser le sol reposer 4 h à une température ne dépassant pas 4 °C.

##### 7.1.2 Mode opératoire de l'extraction

Peser 40,0 g de l'échantillon de laboratoire dans le flacon en polyéthylène (5.2). Ajouter 200 ml de solution (l) de chlorure de potassium (4.19) à une température de 20 °C ± 2 °C. Agiter mécaniquement (5.3) pendant 1 h à 20 °C. Transférer environ 60 ml de la suspension d'extraction dans les tubes de la centrifugeuse (5.5) et centrifuger (5.4) pendant 10 min à environ 3 000 g. Transférer le surnageant dans les récipients en verre (5.6) et mesurer la teneur en nitrates, en nitrites et en ammonium, selon la description indiquée dans les modes opératoires suivants (7.2, 7.3 et 7.4, respectivement) en utilisant les parties aliquotes appropriées.