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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11732:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7f6c3f65f/iso-11732-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7f6c3f65f/iso-11732-2005>



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 11732:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7f6c3f65f/iso-11732-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7f6c3f65f/iso-11732-2005>

© 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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Dosage de l'azote ammoniacal par analyse avec injection de flux (FIA) et détection spectrométrique	1
4 Dosage de l'azote ammoniacal par analyse en flux continu (CFA) et détection spectrométrique	7
5 Calcul	10
6 Fidélité	11
7 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Exemples de systèmes d'analyse en flux	12
Annexe B (informative) Données de fidélité	16
Bibliographie	18

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11732:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7f6c3f65f/iso-11732-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7f6c3f65f/iso-11732-2005>

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11732:1997), qui fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7f6c3f65f/iso-11732-2005>

Introduction

Les méthodes d'analyse en flux permettent d'automatiser les modes opératoires chimiques par voie humide et sont donc particulièrement appropriées pour le traitement de grandes séries d'échantillons à une fréquence d'analyse élevée (jusqu'à 100 échantillons par heure).

On distingue l'analyse avec injection de flux (FIA) [1], [2] et l'analyse en 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 solutions de réactifs pendant l'écoulement. La préparation de l'échantillon peut être intégrée dans le manifold. Le produit de réaction est analysé dans un détecteur à flux.

Il convient que l'utilisateur ait à l'esprit que des problèmes particuliers sont susceptibles de nécessiter la spécification de conditions secondaires supplémentaires.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11732:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7f6c3f65f/iso-11732-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7f6c3f65f/iso-11732-2005>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11732:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7fc3f65f/iso-11732-2005>

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

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale soit familier avec les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est indispensable que les essais menés selon la présente Norme internationale le soient par du personnel qualifié.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes appropriées de dosage de l'azote ammoniacal dans différents types d'eaux (comme l'eau souterraine, l'eau potable, l'eau de surface et l'eau résiduaire), dont les concentrations en masse se situent dans une plage de 0,1 mg/l à 10 mg/l (dans l'échantillon non dilué), en appliquant la FIA (voir Article 3) ou la CFA (voir Article 4). Dans des cas particuliers, la gamme d'application peut être adaptée en faisant varier les conditions opératoires.

2 Références normatives

[ISO 11732:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7fc3f55f/iso-11732-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7fc3f55f/iso-11732-2005>

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

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

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

3 Dosage de l'azote ammoniacal par analyse avec injection de flux (FIA) et détection spectrométrique

3.1 Principe

L'échantillon contenant de l'ammonium est injecté dans un courant vecteur continu au moyen d'une vanne d'injection et est mélangé avec un écoulement continu d'une solution alcaline. L'ammoniac formé est séparé

de la solution dans une cellule de diffusion sur une membrane semi-perméable hydrophobe et capté par un courant en flux contenant un indicateur de pH. Du fait du changement de pH obtenu, la solution d'indicateur changera de couleur, laquelle sera mesurée en continu par un spectromètre à flux. Des informations complémentaires concernant la présente technique d'analyse sont fournies dans les références [4], [5], [6], [7] et [8].

NOTE Un appareillage selon ce principe utilisant la CFA au lieu de la FIA est disponible dans le commerce, mais cette combinaison n'a pas été encore validée.

3.2 Interférences

Les amines volatiles, si présentes, diffusent à travers la membrane et entraînent une modification de pH. Si les concentrations en amines volatiles (par exemple la méthylamine ou l'éthylamine) sont égales à celle de l'ammonium, on peut s'attendre à obtenir des résultats trop élevés [12]. Les concentrations significatives en amines volatiles peuvent être réduites par distillation de l'échantillon et ajustées à un pH de 5,8 avant analyse.

Dans des cas significatifs, avant analyse, des interférences (en ligne) peuvent survenir exceptionnellement lorsque l'échantillon n'atteint pas un pH d'au moins 12 après l'addition de la solution de réactif alcalin, car l'ammonium ne sera alors pas converti en grande quantité en ammoniac. En particulier, cela peut se produire avec des échantillons fortement acides ou tamponnés. Dans ces cas, le pH de l'échantillon doit être ajusté entre 3 et 5 par addition d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.3.2 ou 3.3.3).

Une concentration élevée en ions métalliques qui peuvent précipiter en hydroxydes donnera des résultats peu reproductibles. L'addition à la solution de réactif alcalin (3.3.17) d'un agent complexant approprié, tel que le sel disodique de l'acide éthylène-dinitrilotétraacétique en une concentration suffisamment importante évitera l'interférence du Cu, Zn, Fe, Ca, Mg et Al. Une concentration de 30 g/l de sel disodique de l'acide éthylène-dinitrilotétraacétique (3.3.4) dans la solution R1 (3.3.17) est adéquate jusqu'à une concentration en métal de 0,2 mg/l chacun.

Dans le cas d'échantillons contenant des matières particulières, voir 3.5 (dernier paragraphe).

Les échantillons avec une concentration totale en sel > 10 g/l doivent être dilués avant mesurage.

3.3 Réactifs

Outre les réactifs mentionnés en 3.3.6 et en 3.3.7, n'utiliser que des réactifs «de qualité analytique pour le dosage de l'azote», ou, s'ils ne sont pas disponibles, ceux «de qualité analytique reconnue». La teneur en ammonium du blanc doit être vérifiée régulièrement (3.6.3).

3.3.1 Eau, de qualité 1, conformément à l'ISO 3696:1987.

3.3.2 Solution I d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/l}$.

3.3.3 Solution II d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

3.3.4 Acide éthylène-dinitrilotétraacétique (EDTA)¹⁾, sel disodique monohydraté, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8, \text{H}_2\text{O}$.

3.3.5 Pourpre de bromocrésol, $\text{C}_{21}\text{H}_{16}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$.

3.3.6 Bleu de bromothymol, $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$.

3.3.7 Rouge de crésol, $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_5\text{S}$.

3.3.8 Chlorure d'ammonium, NH_4Cl , séché à $105 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ à une masse constante.

1) Plus communément nommé acide éthylène-diaminotétraacétique.

3.3.9 Chlorure de potassium, KCl.

3.3.10 Acide borique, H_3BO_3 .

3.3.11 Solution I d'acide chlorhydrique, $c(HCl) = 0,01$ mol/l.

3.3.12 Solution II d'acide chlorhydrique, $c(HCl) = 0,1$ mol/l.

3.3.13 Solution III d'acide chlorhydrique, $c(HCl) = 1,0$ mol/l.

3.3.14 Acide sulfurique, $\rho(H_2SO_4) = 1,84$ g/ml.

3.3.15 Indicateur mixte.

Dans un mortier, préparer un mélange sec constitué de 10 g de pourpre de bromocrésol (3.3.5), 5 g de bleu de bromothymol (3.3.6), 2,5 g de rouge de crésol (3.3.7) et 45 g de chlorure de potassium (3.3.9).

Les quantités données peuvent être réduites (par exemple d'un dixième).

3.3.16 Solution vecteur, C (voir Figure A.1).

Utiliser de l'eau conforme à 3.3.1, dégazée par exemple par pression réduite.

3.3.17 Solution de réactif alcalin, R1 (voir Figure A.1).

Dans une fiole jaugée de capacité nominale 1 000 ml, dissoudre 30 g de sel disodique de l'acide éthylène-dinitrilotétraacétique (3.3.4) dans environ 800 ml d'eau (3.3.1), et ajouter 12,4 g d'acide borique (3.3.10).

À la suspension, ajouter, goutte à goutte, 100 ml de la solution I d'hydroxyde de sodium (3.3.2) et compléter au volume avec de l'eau (3.3.1).

Dégazer la solution en la filtrant avec l'appareillage de filtration sur membrane (3.4.2).

Le pH de la solution sera d'environ 13. Stockée dans des bouteilles en plastique (polyéthylène) à température ambiante, elle restera stable pendant un mois.

3.3.18 Solution d'indicateur.

Dans une fiole jaugée de 200 ml, dissoudre 1 g de l'indicateur mixte (3.3.15) dans un mélange de 50 ml de la solution II d'hydroxyde de sodium (3.3.3). Compléter au volume avec de l'eau (3.3.1).

Il convient que la solution ait une couleur rougeâtre foncée.

Éliminer par filtration toutes les particules non dissoutes.

Cette solution peut être stockée à température ambiante pendant trois mois dans une bouteille en verre brun.

3.3.19 Solution réceptrice d'ammoniac, R2 (voir Figure A.1).

Diluer 10 ml de la solution d'indicateur (3.3.18) avec environ 480 ml d'eau (3.3.1).

Il convient que l'absorbance de la solution soit de 0,3 à 0,5. Dans le cas contraire, ajouter, goutte à goutte, la solution II d'hydroxyde de sodium (3.3.3) ou la solution III d'acide chlorhydrique (3.3.13) jusqu'à ce qu'une valeur d'absorbance de 0,3 à 0,5 (longueur de parcours de 10 mm, longueur d'onde 590 nm) soit obtenue. Compléter jusqu'à 500 ml avec de l'eau (3.3.1).

Dégazer et purifier la solution en la filtrant avec l'appareillage de filtration sur membrane (3.4.2), en remplir le réservoir de réactif et laisser la solution au repos pendant au moins 2 h.

Immédiatement avant de démarrer le mesurage (3.6), vérifier à nouveau l'absorbance et ajuster au besoin à la plage d'absorbance spécifiée ci-dessus en ajoutant la solution II d'hydroxyde de sodium (3.3.3) ou les solutions I, II ou III de l'acide chlorhydrique (3.3.11 à 3.3.12), respectivement.

Cette solution peut être stockée à température ambiante pendant deux semaines dans une bouteille en verre.

3.3.20 Solution mère d'ammonium, $\rho(N) = 1\ 000\ \text{mg/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 3,819 g de chlorure d'ammonium (3.3.8) dans environ 900 ml d'eau (3.3.1), acidifier à un pH de 2 par addition, goutte à goutte, d'acide sulfurique (3.3.14) et compléter au volume avec de l'eau (3.3.1).

Cette solution peut être stockée au réfrigérateur pendant au plus trois mois.

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

Prélever à la pipette 10 ml de la solution mère d'ammonium (3.3.20) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter environ 80 ml d'eau (3.3.1), acidifier par addition, goutte à goutte, d'acide sulfurique (3.3.14) et compléter au volume avec de l'eau (3.3.1).

Cette solution peut être stockée au réfrigérateur pendant au plus une semaine.

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

Prélever à la pipette 1 ml de la solution mère d'ammonium (3.3.20) ou 10 ml de la solution étalon d'ammonium (3.3.21) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter environ 80 ml d'eau, acidifier à un pH de 2 par addition, goutte à goutte, d'acide sulfurique (3.3.14) et compléter au volume avec de l'eau (3.3.1).

Cette solution peut être stockée au réfrigérateur pendant au plus une semaine.

3.3.23 Solutions d'étalonnage

ISO 11732:2005
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8deb819b-6ba2-4db1-b9fc-99f7fc3f55f/iso-11732-2005>

Préparer les solutions d'étalonnage en diluant les solutions étalons I ou II d'ammonium (3.3.21 ou 3.3.22). Il est recommandé de préparer au moins cinq solutions d'étalonnage par domaine de travail. Par exemple, pour préparer six points d'étalonnage, procéder comme suit pour les domaines de travail I ou II respectivement:

a) Domaine de travail I [$\rho(N) = 1\ \text{mg/l}$ à $10\ \text{mg/l}$]:

- Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, prélever à la pipette 1 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml et 10 ml, respectivement, de la solution étalon I d'ammonium (3.3.21) et compléter au volume avec de l'eau (3.3.1).
- Les concentrations en masse d'azote ammoniacal, exprimées en azote, dans ces solutions d'étalonnage sont de 1 mg/l, 2 mg/l, 4 mg/l, 6 mg/l, 8 mg/l et 10 mg/l.

b) Domaine de travail II [$\rho(N) = 0,1\ \text{mg/l}$ à $1,0\ \text{mg/l}$]:

- Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, transférer à la pipette 1 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml et 10 ml, respectivement, de la solution étalon II d'ammonium (3.3.22) et compléter au volume avec de l'eau (3.3.1).
- Les concentrations en masse d'azote ammoniacal, exprimées en azote, dans ces solutions d'étalonnage sont de 0,1 mg/l, 0,2 mg/l, 0,4 mg/l, 0,6 mg/l, 0,8 mg/l et 1,0 mg/l.

Préparer toutes les solutions d'étalonnage immédiatement avant utilisation.

3.4 Appareillage

3.4.1 Système d'injection de flux.

En général, le système d'injection de flux est constitué des éléments suivants (voir Figure A.1):

3.4.1.1 Réservoirs de réactifs.

3.4.1.2 Pompe à faible pulsation.

3.4.1.3 Tubes de pompe appropriés, si nécessaire.

3.4.1.4 Vanne d'injection ayant un volume d'injection approprié.

Il est recommandé d'utiliser un volume d'injection de 40 µl pour le domaine de travail I et un volume de 360 µl ou 400 µl pour le domaine de travail II, par exemple.

3.4.1.5 Cellule de diffusion à membrane semi-perméable hydrophobe (par exemple en polytétrafluoroéthylène, PTFE).

EXEMPLES:

épaisseur des membranes: 150 µm à 200 µm;

taille de pore: 0,5 µm à 2,0 µm;

porosité: 75 %.

iTeh STANDARD PREVIEW

3.4.1.6 Tubes de circulation et bobines de mélange, diamètre interne de 0,5 mm à 0,8 mm, raccords de tube et raccords en T en matière plastique inerte et avec des volumes morts minimaux.

3.4.1.7 Détecteur spectrométrique avec cuve à flux, longueur de parcours normale de 10 mm à 50 mm, plage de longueur d'onde de 580 nm à 600 nm.

3.1.4.8 Unité d'enregistrement (par exemple traceur, intégrateur ou imprimante). En général, des signaux de hauteur de pic sont évalués.

3.4.1.9 Échantillonneur automatique, si nécessaire.

3.4.2 Appareillage supplémentaire.

Appareillage de laboratoire courant et:

3.4.2.1 Fioles jaugées, de 100 ml, 200 ml et 1 000 ml;

3.4.2.2 Pipettes graduées, de 1 ml à 10 ml;

3.4.2.3 Appareil de filtration sur membrane avec filtres à membrane, de taille de pore 0,45 µm.

3.5 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon

Prélever les échantillons conformément à l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-2 et l'ISO 5667-3.

Les flacons en verre, en polyalcènes et en polytétrafluoroéthylène (PTFE) sont appropriés pour le prélèvement d'échantillons. Nettoyer soigneusement tous les récipients entrant en contact avec l'échantillon avec les solutions I, II ou III de l'acide chlorhydrique (3.3.11 à 3.3.13) et rincer plusieurs fois avec de l'eau.

Analyser les échantillons immédiatement après le prélèvement. Pour des temps de conservation allant jusqu'à 24 h, ajouter de l'acide sulfurique (3.3.14) afin d'ajuster le pH à environ 2 et stocker à une température de 2 °C à 5 °C à l'abri de la lumière.