
**Qualité de l'eau — Détermination
de paramètres sélectionnés par des
systèmes d'analyse discrète —**

Partie 1:

**Ammonium, nitrate, nitrite, chlorure,
orthophosphate, sulfate et silicate par
détection photométrique**

*Water quality — Determination of selected parameters by discrete
analysis systems —*

*Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate
and silicate with photometric detection*

ISO 15923-1:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e1c871fb-6fdb-4a69-a0cf-1f592eca4250/iso-15923-1-2013>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 15923-1:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e1c871fb-6fdb-4a69-a0cf-1f592eca4250/iso-15923-1-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e1c871fb-6fdb-4a69-a0cf-1f592eca4250/iso-15923-1-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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 Principe	1
4 Interférences	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	3
8 Étalonnage	3
8.1 Fonction d'étalonnage.....	3
8.2 Contrôle de validité de l'étalonnage.....	3
9 Mode opératoire	3
10 Calcul	4
11 Expression des résultats	4
12 Rapport d'essai	5
Annexe A (normative) Correction de la couleur inhérente	6
Annexe B (normative) Dosage de l'ammonium	7
Annexe C (normative) Détermination de la somme du nitrate et du nitrite selon la méthode de l'hydrazine	9
Annexe D (normative) Dosage du nitrite	12
Annexe E (normative) Dosage du chlorure selon la méthode du thiocyanate	14
Annexe F (normative) Dosage de l'orthophosphate	16
Annexe G (normative) Dosage du sulfate selon la méthode turbidimétrique	19
Annexe H (normative) Dosage du silicate	21
Annexe I (informative) Données de performance	23
Bibliographie	25

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues (voir www.iso.org/brevets).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'ISO 15923 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Détermination de paramètres sélectionnés par des systèmes d'analyse discrète*:

- *Partie 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chlorure, orthophosphate, sulfate et silicate par détection photométrique*

Introduction

De nombreux dosages photométriques peuvent être automatisés en utilisant un système d'analyse discontinue. Avec un seul appareil, un grand nombre de paramètres différents peut être déterminé, et les paramètres à déterminer peuvent être spécifiés pour chaque échantillon. Travailler avec de faibles volumes nécessite une moindre quantité d'échantillon et de réactif.

Les échantillons qui dépassent l'étendue de mesure normale peuvent être soit automatiquement dilués soit à nouveau mesurés avec une autre étendue de mesure.

La présente partie de l'ISO 15923 spécifie des méthodes de dosage automatique de l'ammonium, du nitrate, du nitrite, du chlorure, de l'orthophosphate et du silicate par détection photométrique, ainsi qu'une méthode de dosage turbidimétrique du sulfate à l'aide d'un système d'analyse discontinue. Le domaine d'application est l'eau (souterraine, potable, de surface, de chaudière et éluats).

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 15923-1:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e1c871fb-6fdb-4a69-a0cf-1f592eca4250/iso-15923-1-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e1c871fb-6fdb-4a69-a0cf-1f592eca4250/iso-15923-1-2013>

Qualité de l'eau — Détermination de paramètres sélectionnés par des systèmes d'analyse discrète —

Partie 1:

Ammonium, nitrate, nitrite, chlorure, orthophosphate, sulfate et silicate par détection photométrique

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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 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 absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 15923 spécifie des méthodes automatisées d'analyses spectrophotométriques et turbidimétriques à l'aide d'un système d'analyse discontinue pour le dosage de l'ammonium, du nitrate, du nitrite, du chlorure, de l'orthophosphate et du silicate. Le domaine d'application est l'eau souterraine, potable, de surface, de chaudière et les éluats.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et 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*

ISO 8466-2, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré*

3 Principe

Un système d'analyse discontinue est un système automatisé de dosage spectrophotométrique et turbidimétrique.

Les réactions colorées se produisent dans des récipients de réaction, qui peuvent être des cuves, dans un incubateur. Un nouveau récipient de réaction est utilisé pour chaque dosage. Des volumes prédéfinis d'échantillon et de réactif sont introduits à la pipette dans les récipients et mélangés.

Au terme de la période d'incubation, l'absorbance de la solution est mesurée à la longueur d'onde applicable au dosage. Pour ce faire, les cuves sont introduites dans le photomètre ou la solution à doser est transvasée des récipients de réaction vers un photomètre à l'aide d'un récipient à écoulement continu.

4 Interférences

Les particules présentes dans l'échantillon peuvent provoquer un colmatage et interférer avec le mesurage photométrique. Il est recommandé de filtrer tous les échantillons à travers une membrane filtrante de 0,45 µm, hormis pour le dosage du phosphate total et des minéralisats d'azote selon la méthode de Kjeldahl (voir les [Annexes B](#) et [F](#)). Les particules peuvent également être éliminées par décantation, centrifugation ou dialyse.

Cette méthode est applicable aux échantillons dans la gamme de pH de 5 à 9 qui concerne la plupart des eaux naturelles. Il peut être nécessaire de corriger le pH des échantillons en dehors de cette gamme.

La couleur inhérente ou la turbidité de l'échantillon interfère avec l'analyse. Concernant la prévention de ces interférences, voir l'[Annexe A](#). Les interférences propres à chaque paramètre sont décrites dans les [Annexes B](#) à [H](#).

NOTE Les interférences dues à la couleur inhérente doivent être compensées en mesurant l'absorbance de l'échantillon avant l'ajout du réactif chromogène (production d'un blanc) ou en utilisant une solution de compensation (solution à doser sans composé chromogène). Pour plus d'informations, voir l'[Annexe A](#). Un mode opératoire approprié de correction de la turbidité ne peut pas réellement être donné. La loi de Lambert-Beer ne s'applique pas aux solutions troubles. De plus, de nombreux réactifs chromogènes et complexes colorés sont adsorbés sur les particules.

5 Réactifs

Les réactifs pour chaque paramètre sont spécifiés dans les [Annexes B](#) à [H](#). Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf spécification contraire dans l'annexe appropriée. Sécher tous les réactifs solides pendant au moins 1 h (105 ± 5) °C à condition qu'ils soient thermiquement stables. Conserver le solide séché dans un dessiccateur avant de le peser. Les volumes de réactifs indiqués dans les [Annexes B](#) à [H](#) peuvent être ajustés en fonction des exigences locales ou des différentes spécifications relatives aux instruments.

5.1 Eau, de qualité 1, conformément à l'ISO 3696.

6 Appareillage

6.1 Système d'analyse discontinue, généralement constitué des composants suivants.

6.1.1 Dispositif d'injection d'échantillons, pour le fonctionnement automatique ou manuel.

6.1.2 Récipient d'échantillonnage.

6.1.3 Récipient de réactif, réfrigéré ou non.

6.1.4 Incubateur thermostaté, capable de maintenir une température constante de 37 °C par exemple.

6.1.5 Détecteur UV/VIS, par exemple spectrophotomètre, adapté à une gamme de longueur d'onde de 340 nm à 880 nm.

6.1.6 Unité de commande et de traitement des données.

6.1.7 Dispositif d'enregistrement, par exemple un ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition et d'évaluation des données.

7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Utiliser des récipients d'échantillonnage propres.

La turbidité ou les particules interfèrent avec la détection spectrophotométrique. Clarifier les échantillons en les filtrant sur une membrane de 0,45 µm (il est également possible d'utiliser la décantation, la centrifugation ou la dialyse). Pour éviter toute contamination due à la membrane filtrante, jeter les 20 premiers millilitres à 30 premiers millilitres de filtrat. Il convient de ne pas filtrer les échantillons utilisés pour le dosage du phosphate total. Consulter l'[Annexe F](#).

Préparer et conserver l'échantillon conformément aux [Annexes B](#) à [H](#) ou à l'ISO 5667-3 si aucune ligne directrice spécifique n'est donnée dans l'annexe appropriée.

Préparer un échantillon d'eau ([5.1](#)) de la même manière que l'échantillon, à utiliser comme un blanc.

Préparer une solution étalon de contrôle à partir de l'étalon de contrôle primaire contenant un niveau d'analyte similaire aux échantillons. L'utiliser comme un échantillon à intervalles appropriés dans le lot, conformément aux réglementations locales. Un intervalle minimal d'une fois tous les 20 échantillons est recommandé.

8 Étalonnage

8.1 Fonction d'étalonnage

Lorsque le système analytique est évalué au départ puis à intervalles appropriés, établir une fonction d'étalonnage pour chaque paramètre (voir l'ISO 8466-1 ou l'ISO 8466-2) comme suit.

À l'aide de l'étalon primaire, préparer une série appropriée de solutions d'étalonnage pour le paramètre respectif comme il est décrit dans les [Annexes B](#) à [H](#), y compris une solution de concentration nulle.

Analyser les solutions d'étalonnage conformément à [l'Article 9](#) et aux instructions du fabricant d'instruments.

Confirmer la validité des données obtenues et utiliser ces données pour calculer la droite de régression comme il est décrit dans l'ISO 8466-1 ou l'ISO 8466-2.

Vérifier la validité permanente de la fonction d'étalonnage établie en analysant une solution d'étalonnage appropriée, à intervalles réguliers, conformément aux exigences d'exactitude ou au moins à la fin du lot.

Si nécessaire, étalonner de nouveau.

8.2 Contrôle de validité de l'étalonnage

Si la fonction d'étalonnage complète n'est pas établie chaque jour, effectuer un contrôle de validité d'étalonnage initial en analysant deux solutions d'étalonnage dans les tiers inférieur et supérieur de la gamme de travail étalonnée après le mode opératoire d'installation (voir [l'Article 9](#)).

Vérifier la validité permanente de la fonction d'étalonnage établie en analysant une solution d'étalonnage appropriée, à intervalles réguliers, conformément aux exigences d'exactitude ou au moins à la fin du lot.

Si nécessaire, étalonner de nouveau.

9 Mode opératoire

Installer le système d'analyse discontinue conformément aux instructions du fabricant d'instruments.

Étalonner le système conformément à [l'Article 8](#) et aux instructions du fabricant d'instruments.

Préparer les échantillons conformément à l'Article 7 et aux Annexes B à H. Une température et une durée d'incubation cohérentes sont essentielles à la stabilité des mesures d'absorbance. Pour obtenir des lignes directrices sur les températures et durées d'incubation recommandées, consulter les Annexes B à H. Noter que les durées d'incubation données dans les Annexes B à H sont des recommandations et qu'elles peuvent varier en fonction de l'expérience.

Mesurer l'absorbance des échantillons en utilisant les conditions indiquées dans les Annexes B à H et les instructions du fabricant d'instruments. Mesurer le blanc conformément à l'Annexe A et aux instructions du fabricant d'instruments.

Si l'absorbance de l'échantillon dépasse celle du point le plus fort de la gamme d'étalonnage, diluer l'échantillon ou réduire l'apport d'échantillon d'un facteur approprié pour lui faire atteindre la moitié supérieure de la gamme d'étalonnage, et refaire l'analyse. Si nécessaire, corriger l'absorbance de l'échantillon (voir l'Annexe A).

Les modes opératoires décrits dans les Annexes B à H peuvent être modifiés en fonction des instruments, ou pour changer la gamme ou la sensibilité de la méthode pour différentes concentrations de paramètres ou différents types d'échantillons.

10 Calcul

Calculer la concentration massique, ρ , du paramètre concerné, en microgrammes par litre ($\mu\text{g/l}$) ou milligrammes par litre (mg/l), à partir de la courbe d'étalonnage (voir l'Article 8), en utilisant les valeurs d'absorbance corrigées obtenues (voir l'Article 9), comme spécifié dans l'ISO 8466-1 ou l'ISO 8466-2. Tenir compte des facteurs de dilution. Ce calcul peut être généralement effectué automatiquement à l'aide du logiciel de l'instrument.

11 Expression des résultats

Les résultats doivent être exprimés à trois chiffres significatifs au maximum.

EXEMPLES Phosphate = 1,11 mg/l P (3 chiffres significatifs), 1,1 mg/l P (2 chiffres significatifs), 1 mg/l (1 chiffre significatif).

Avant de rapporter les résultats, il est important de déterminer les unités d'expression requises. Par exemple l'ammonium, le nitrate et le nitrite peuvent être exprimés sous forme N, ou sous la forme de l'ion approprié. Les résultats pour l'orthophosphate peuvent être exprimés sous forme P ou PO_4 , et ceux pour le silicate sous forme SiO_4 , SiO_2 ou Si.

Les facteurs de conversion appropriés sont donnés dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Facteurs de conversion

Paramètre	Unités	Facteur de conversion	Unités converties
Ammoniac	mg/l N	1,286	mg/l NH ₄
Ammoniac	mg/l NH ₄	0,777 8	mg/l N
Nitrate	mg/l N	4,427	mg/l NO ₃
Nitrate	mg/l NO ₃	0,225 9	mg/l N
Nitrite	mg/l N	3,285	mg/l NO ₂
Nitrite	mg/l NO ₂	0,304 4	mg/l N
Orthophosphate	mg/l P	3,066	mg/l PO ₄
Orthophosphate	mg/l PO ₄	0,326 1	mg/l P
Silicate	mg/l Si	3,279	mg/l SiO ₄
Silicate	mg/l SiO ₄	0,305 0	mg/l Si
Silicate	mg/l Si	2,139	mg/l SiO ₂
Silicate	mg/l SiO ₂	0,467 4	mg/l Si
Silicate	mg/l SiO ₂	1,533	mg/l SiO ₄
Silicate	mg/l SiO ₄	0,652 5	mg/l SiO ₂

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) la méthode d'essai utilisée faisant référence à la présente partie de l'ISO 15923 (c'est-à-dire l'ISO 15923-1:2013);
- b) les informations requises pour identifier l'échantillon;
- c) la date de l'analyse;
- d) les résultats d'analyse (voir [l'Article 11](#));
- e) tout écart par rapport à la présente méthode et un rapport des circonstances ayant pu avoir une incidence sur les résultats.