

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
20620

ISO/TC 134

Secrétariat: INSO

Début de vote:
2021-06-04

Vote clos le:
2021-07-30

Engrais et amendements — Détermination de l'azote total par combustion

*Fertilizers and soil conditioners — Determination of total nitrogen by
combustion*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 20620

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f01faeba-eebd-4abb-b9af-a59714c016dd/iso-fdis-20620>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 20620:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 20620

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f01faeba-eebd-4abb-b9af-a59714c016dd/iso-fdis-20620>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Appareillage	1
6 Réactifs	2
7 Mode opératoire	2
7.1 Généralités.....	2
7.2 Courbe de référence.....	3
7.3 Inspection et calibration.....	3
7.4 Mesure.....	3
8 Résultats	3
8.1 Calcul.....	3
8.2 Expression des résultats.....	3
9 Fidélité	4
Bibliographie	5

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 20620](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f01faeba-eebd-4abb-b9afa59714c016dd/iso-fdis-20620)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f01faeba-eebd-4abb-b9afa59714c016dd/iso-fdis-20620>

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Ce document a été préparé par le Comité Technique ISO/TC 134, *Engrais, amendements et substances bénéfiques*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Engrais et amendements — Détermination de l'azote total par combustion

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en azote total dans tous les engrais contenant de l'azote par une méthode par combustion

NOTE 1 La présence de sources d'azote non nutritives (par exemple, des agents chélatants) entraîne un biais positif dans les échantillons analysés pour la teneur en azote nutritif. La teneur en azote non nutritif est soustraite de la valeur d'azote total pour déterminer la teneur en azote nutritive.

NOTE 2 Les engrais courants faisant l'objet d'échanges internationaux ont été évalués pour l'azote total par analyse de combustion dans l'essai interlaboratoires de ce document. Alors que les engrais analysés dans cet essai interlaboratoires international étaient des engrais minéraux, des études antérieures ont montré que l'azote total par combustion peut être utilisé avec de nombreux engrais non minéraux contenant de l'azote.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le présent texte de telle façon que tout ou partie de leur contenu constitue des exigences de ce 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 14820-2:2016, *Engrais et amendements minéraux basiques — Échantillonnage et préparation de l'échantillon — Partie 2: Préparation des échantillons*

3 Termes et définitions

Aucun terme et définition n'est listé dans ce document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

L'échantillon est brûlé à une température élevée de 900 °C ou plus en présence d'oxygène. Après la réduction des oxydes d'azote formés en azote élémentaire et l'élimination des produits interférents, la teneur en azote est mesurée avec un détecteur de conductivité thermique.

5 Appareillage

5.1 **Analyseur d'azote automatique**, basé sur des méthodes de combustion.

5.2 **Balance analytique**.

L'exactitude de la balance dépend de l'analyseur utilisé et des prises d'essai pesées requises. Il convient que sa résolution soit d'au moins 0,1 % de la prise d'essai pesée.

5.3 Dispositifs auxiliaires pour la préparation de l'échantillon, par exemple:

- pinces à pointe émoussée;
- micro-spatule à bout aplati;
- pipette.

La pipette est recommandée pour effectuer la pesée et il n'est donc pas nécessaire de la calibrer. Il est toutefois important d'obtenir une taille de gouttelette adaptée (petites gouttelettes). Il est aussi admis d'utiliser des pipettes à volume fixe, des pipettes dont le volume est réglable dans la plage allant de 10 µl à 1 000 µl ou des pipettes Pasteur mono-canal avec une pointe fine.

5.4 Verre courant résistant aux produits chimiques.

6 Réactifs

6.1 Agent de combustion auxiliaire et autre équipement, appropriés pour une utilisation avec l'analyseur d'azote choisi.

Les matériaux suivants sont uniquement donnés à titre d'exemple. D'autres matériaux ou des matériaux similaires peuvent être utilisés, selon les besoins, en fonction du système qui est disponible:

- capsule en étain ou conteneurs à échantillon similaires;
- agent de combustion auxiliaire, saccharide non azoté, tel que le saccharose ou la cellulose.
- agent absorbant les liquides, non azoté, tel que l'oxyde de magnésium ou la terre de diatomée.

6.2 Substances de référence pour la détermination de l'azote, de préférence avec une teneur en azote certifiée.

EXAMPLE Les substances de référence adaptées comprennent l'acide éthylène-diamino-tétracétique (EDTA), l'amide d'acide nicotinique, le nitrate d'ammonium, l'acide aspartique et l'acide nicotinique.

De l'urée à faible teneur en biuret de pureté adéquate (par exemple cristalline ultrapure ou analytique) ou d'autres substances de référence recommandées par le fabricant de l'équipement et disponibles peuvent également être utilisées. Il convient de privilégier les substances de référence certifiées.

NOTE Les substances de référence liquides (par exemple solutions d'urée) ne conviennent pas pour la calibration.

6.3 Oxygène, min. 99,999 % d'O₂.

6.4 Autres gaz ultrapurs, s'ils sont nécessaires pour faire fonctionner l'analyseur d'azote, tels que l'hélium, min. 99,999 %.

6.5 Autres réactifs ou agents auxiliaires, en fonction des besoins pour l'équipement.

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

Les engrais et les amendements doivent correspondre aux définitions de l'ISO 8157. Les échantillons doivent être préparés correctement afin de tenir compte des petites prises d'essai et de la non-uniformité potentielle de certains produits fertilisants, conformément à l'ISO 14820-2: 2016. Il convient de bien mélanger les liquides et d'homogénéiser et de bien mélanger les solides. Un échantillon qui n'est pas

suffisamment homogène peut faire augmenter la variabilité des résultats obtenus avec cette méthode. Il est recommandé de réaliser une analyse sur des répliquats de chaque échantillon afin d'évaluer l'homogénéité des échantillons pour laboratoire. Un traitement supplémentaire des échantillons pour laboratoire non homogènes peut être nécessaire si les résultats de l'instrument présentent une grande variabilité. Des valeurs de répliquats présentant une variabilité égale à $\pm 0,20$ % de N ont été obtenues pour le même matériau échantillon analysé successivement lorsque l'échantillon avait été suffisamment préparé.

Différents types d'appareils sont disponibles sur le marché. Il convient que les critères de fonctionnement et de performance soient basés sur les manuels d'utilisation respectifs.

7.2 Courbe de référence

Réaliser la calibration comme cela est requis pour le type spécifique d'analyseur et selon les manuels d'utilisation respectifs (par exemple après le remplacement du tube de combustion, le changement de réactif ou autre) en réalisant des mesures comme décrit en 7.4. Peser une quantité appropriée de substances de référence plusieurs fois en fonction des besoins pour les types d'appareils respectifs, afin d'obtenir une courbe de référence.

7.3 Inspection et calibration

Utiliser une substance de référence appropriée ou un standard secondaire en interne pour vérifier le bon fonctionnement de l'appareil et la courbe de référence. Il convient d'utiliser de préférence un standard certifié.

La fréquence d'inspection dépend de l'analyseur utilisé. Il est également conseillé d'utiliser des cartes de contrôle qualité pour surveiller les tendances de performance de l'instrument.

7.4 Mesure

Peser une prise d'échantillon dans un support adapté pour le type d'analyseur d'azote utilisé. Il convient que la quantité soit telle que la quantité absolue d'azote soit située dans le milieu de la plage de la courbe de référence.

Utiliser environ trois fois plus d'agent de combustion.

Saisir les données requises (prise d'essai pesée, identification de l'échantillon) dans l'analyseur (ou un ordinateur) en fonction du type d'appareil. Introduire l'échantillon pesé dans l'analyseur et démarrer la combustion. Réaliser au moins trois déterminations uniques.

8 Résultats

8.1 Calcul

Utiliser des échantillons à blanc pour corriger le bruit de fond avant d'analyser les standards de calibration et de calculer la courbe de calibration. Utiliser le programme spécifique de l'appareil pour calculer la courbe de référence ou la correction de la dérive pour les échantillons. Calculer le pourcentage d'azote dans chaque échantillon à l'aide du logiciel spécifique de l'appareil

8.2 Expression des résultats

Consigner la valeur moyenne de tous les répliquats de l'échantillon, à condition que chaque répliquat soit en bon accord. Exprimer les résultats en pourcentage d'azote.

9 Fidélité

Les tests de Grubbs and Cochran ont été utilisés pour identifier les valeurs aberrantes. Le taux de recouvrement pour chaque échantillon a été calculé pour des échantillons avec des valeurs %N notées. La répétabilité (r), la reproductibilité (R), l'écart-type de répétabilité (s_r) et l'écart-type de reproductibilité (s_R) sont donnés au Tableau 1. Le Tableau 2 précise la composition et l'état physique de chaque engrais utilisé dans l'essai interlaboratoires.

Des données complémentaires sur l'azote total par combustion avec des engrais sont disponibles dans la Méthode Officielle AOAC 993.13^[3]. Des données pour la détermination de l'azote total par combustion dans l'urée sont disponibles dans l'ISO 22241-2: 2019, Annexe B.

Tableau 1 — Données statistiques issues de l'analyse des échantillons de l'essai interlaboratoires

ID de l'échantillon	Nb d'ensembles de données	Nb de répliqués	% d'N par composition	Moyenne des données (%N)	Taux de recouvrement	Répétabilité (r)	Écart-type de répétabilité (s_r)	Reproductibilité (R)	Écart-type de reproductibilité (s_R)
Urée	11	22	46,6	46,40	99,6	0,338	0,120	0,617	0,220
UAN	15	30	31,9	32,32	101,3	0,331	0,118	1,245	0,445
Sulfate d'ammonium	10	20	21	21,14	100,7	0,168	0,060	0,242	0,087
Solution de thiosulfate d'ammonium	12	24	12	11,82	98,5	0,141	0,051	0,523	0,187
Magruder 170711	13	26	6,54	6,99	106,9	0,374	0,133	0,535	0,191
Magruder 170411	13	26	19,60	19,82	101,1	0,209	0,075	0,450	0,161
Multicut NPK-23	15	30	22,90	22,86	99,8	0,225	0,081	1,260	0,450
Moyenne						0,255	0,091	0,696	0,249

Tableau 2 — Composés et état physiques des engrais de l'essai interlaboratoires

ID de l'échantillon	État physique	Composés
Urée	Solide	Urée
UAN 32	Liquide	Urée, ammonium, nitrate
Sulfate d'ammonium	Solide	Ammonium, sulfate
Solution de thiosulfate d'ammonium	Liquide	Ammonium, thiosulfate
Magruder 170711 ^a	Solide	Ammonium, nitrate, phosphore, potassium
Magruder 170411 ^a	Solide	Ammonium, nitrate, urée, phosphore, potassium, soufre
Multicut NPK-23	Solide	Ammonium, nitrate, phosphore, potassium, soufre

^a Échantillons contenant de l'ammonium et du phosphate sous forme de phosphate de monoammonium et de phosphate de diammonium.

Bibliographie

- [1] ISO 8157, [Engrais et amendements — Vocabulaire](#)
- [2] ISO 22241-2:2019, *Moteurs diesel — Agent AUS 32 de réduction des NOx — Partie 2: Méthodes d'essai*
- [3] OFFICIAL METHOD AOAC 993.13, *Nitrogen (Total) in Fertilizers, Combustion method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 20620](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f01faeba-eebd-4abb-b9af-a59714c016dd/iso-fdis-20620>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 20620](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f01faeba-eebd-4abb-b9afa59714c016dd/iso-fdis-20620)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f01faeba-eebd-4abb-b9afa59714c016dd/iso-fdis-20620>