

MÉTHODE	VERSION	DATE D'ENTRÉE EN VIGUEUR
S-II-10.1	3	10-03-2024
Détermination de l'azote nitrique et nitreux dans les extraits au KCl de sols		

DESCRIPTIF		
Paramètres	azote nitreux azote nitrique	
Références normatives	ISO 14256-1	2003
	ISO 14256-2	2005

DOMAINE D'APPLICATION	
Matrice	Sols

CRITÈRES DE PERFORMANCE		
Limite de quantification (LQ)	1,2 (d)	mg N-NO ₃ /kg de sol sec
Incertitude (relative) de la mesure	-	-
Gamme de travail	-	-

(a) source norme de référence

(b) source laboratoire ISSeP : incertitude élargie par combinaison de la reproductibilité intralaboratoire et du biais de la méthode selon la norme ISO 11352:2012

(c) source laboratoire ISSeP : Validation de la méthode

(d) sur base de valeurs fréquemment rencontrées dans les laboratoires du réseau REQUASUD et des gammes de valeurs qui ont été validées

1. Objet

La présente procédure spécifie une méthode permettant de déterminer l'azote nitrique et nitreux sur des échantillons de sol frais. L'échantillon de sol est extrait dans une solution de chlorure de potassium à 0,5 M selon un rapport 1:5 (concentration massique) à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Les concentrations des composés minéraux de l'azote sont déterminées dans les extraits par des méthodes spectrophotométriques.

2. Procédure

L'ensemble des prescriptions des normes de référence sont d'application, à l'exception des prescriptions spécifiques à la Région wallonne. Ces prescriptions spécifiques s'écartent ou limitent le choix des normes de référence. Elles sont reprises dans le tableau ci-dessous au sein de la colonne « Prescriptions CWEA ». Les prescriptions y relatives qui sont reprises dans les normes de référence sont listées, pour information au sein de la colonne « Prescriptions normes de référence ».

Prescriptions de la norme de référence ISO 14256-1:2003	Prescriptions CWEA
Domaine d'application	
(§1 de la norme de référence)	La présente procédure décrit une méthode permettant de doser les nitrates et les nitrites dans un extrait d'échantillons de sol brut par une solution de chlorure de potassium à 0,5 mol/l.
Principe	
(§3 de la norme de référence)	Les échantillons de sol homogénéisés sont extraits au moyen d'une solution de chlorure de potassium à 0,5 mol/l. Les concentrations des composés minéraux de l'azote, à savoir le nitrate et le nitrite, sont déterminées dans les extraits par des méthodes spectrophotométriques.
Manipulation des échantillons	
(§4 de la norme de référence)	<p>Les échantillons sont analysés immédiatement après réception ou, à défaut, stockés en chambre froide à une température comprise entre 1 et 4°C pendant une durée maximale de 5 jours avant analyse.</p> <p>La congélation des échantillons de sol n'est pas recommandée. Il est préférable de réaliser l'extraction et de congeler les extraits filtrés pour une conservation plus longue.</p> <p>Les extraits peuvent être conservés à 4°C pendant 5 jours maximum. Au-delà, il est nécessaire de les congeler.</p>
Echantillon pour laboratoire	

(§5 de la norme de référence)	<p>L'échantillon pour laboratoire est obtenu par homogénéisation de l'échantillon de sol initial. 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 8 mm de diamètre.</p> <p>Utiliser une partie de l'échantillon pour laboratoire pour déterminer sa teneur en eau conformément à la méthode CWEA S-I-3.</p>
Mode opératoire	
(§6.1.1 de la norme de référence)	Le sol brut est extrait au moyen d'une solution de chlorure de potassium à 0,5 mol/l.
(§6.1.2.2 de la norme de référence)	<p>Solution de chlorure de potassium, $c(\text{KCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$</p> <p>Dissoudre 74,55 g de chlorure de potassium (KCl) dans de l'eau. Compléter à 2 l avec de l'eau.</p>
(§6.1.4 de la norme de référence)	<p>Ajouter 200 ml de la solution de KCl à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.</p> <p>Mesurer la teneur en nitrates et nitrites.</p> <p>Il convient de procéder immédiatement au mesurage des fractions d'azote correspondantes, mais au plus tard un jour après l'extraction. Si cela n'est pas possible, il est recommandé de stocker les extraits au réfrigérateur à une température ne dépassant pas 4°C, pendant 5 jours au plus. Si le délai de 5 jours ne peut être respecté, l'extrait filtré peut être congelé.</p>
(§6.2.5.6 de la norme de référence)	<p>La teneur en azote (nitrates + nitrites) est exprimée en mg N/kg de sol sec.</p> <p>Ww est la teneur en eau en pourcentage (fraction massique) déterminée sur la base du sol déshydraté, conformément à la méthode CWEA S-I-3.</p>
(§6.3.5 de la norme de référence)	La teneur en nitrites est exprimée en mg N/kg de sol sec.
(§6.4 de la norme de référence)	Pas applicable

Prescriptions de la norme de référence ISO 14256-2 :2005	Prescriptions CWEA
Domaine d'application	
(§1 de la norme de référence)	La présente procédure décrit une méthode automatisée permettant de doser les nitrates et les nitrites dans un extrait de sol brut par une solution de chlorure de potassium à 0,5 mol/l.

Principe	
(§3 de la norme de référence)	Les échantillons de sol homogénéisés sont extraits au moyen d'une solution de chlorure de potassium à 0,5 mol/l. Les concentrations des composés minéraux de l'azote, à savoir le nitrate et le nitrite, sont déterminées dans les extraits par des méthodes spectrophotométriques automatisées.
Réactifs	
(§4.19 de la norme de référence)	Solution de chlorure de potassium, $c(\text{KCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ Dissoudre 74,55 g de chlorure de potassium dans de l'eau. Compléter à 2 l avec de l'eau.
Appareillage	
(§5.9 de la norme de référence)	Pas applicable
Manipulation des échantillons	
(§6.1 de la norme de référence)	Les échantillons sont analysés immédiatement après réception ou, à défaut, stockés en chambre froide à une température comprise entre 1 et 4°C pendant une durée maximale de 5 jours avant analyse. La congélation des échantillons de sol n'est pas recommandée. Il est préférable de réaliser l'extraction et de congeler les extraits filtrés pour une conservation plus longue. Les extraits peuvent être conservés à 4°C pendant 5 jours maximum. Au-delà, il est nécessaire de les congeler.
Echantillon pour laboratoire	
(§6.2 de la norme de référence)	L'échantillon pour laboratoire est obtenu par homogénéisation de l'échantillon de sol initial. 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 8 mm de diamètre. Utiliser une partie de l'échantillon pour laboratoire pour déterminer sa teneur en eau conformément à la méthode CWEA S-I-3.
Mode opératoire	
(§7.1.1 de la norme de référence)	Le sol brut est extrait avec une solution de chlorure de potassium à 0,5 mol/l.

(§7.1.2 de la norme de référence)	<p>Agiter à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.</p> <p>Mesurer la teneur en nitrates et nitrites.</p> <p>Il convient de procéder au mesurage immédiat des fractions d'azote correspondantes, au plus tard un jour après l'extraction. Sinon, il est recommandé de stocker les extraits au réfrigérateur à des températures ne dépassant pas 4°C, pendant 5 jours au plus. Si le délai de 5 jours ne peut être respecté, l'extrait filtré peut être congelé.</p>
(§7.4 de la norme de référence)	Pas applicable
Calcul et expression des résultats	
(§8.1 de la norme de référence)	<p>La teneur en azote (nitrates + nitrites) est exprimée en mg N/kg de sol sec.</p> <p>Ww est la teneur en eau en pourcentage (fraction massique) déterminée sur la base du sol déshydraté, conformément à la méthode CWEA S-I-3.</p>
(§8.2 de la norme de référence)	<p>La teneur en nitrites est exprimée en mg N/kg de sol sec.</p> <p>ww est la teneur en eau en pourcentage (fraction massique) déterminée sur la base du sol déshydraté, conformément à la méthode CWEA S-I-3.</p>
(§8.3 de la norme de référence)	Pas applicable

3. Informations de révision

Les principales modifications apportées à cette procédure par rapport à la version précédentes sont :

Version précédente	Présente version
	La procédure relative à la détermination de l'azote ammoniacal est distincte de la procédure relative à la détermination de l'azote nitrique et nitreux.
	L'extractif KCl a une concentration de 0,5 mol/l.
	Précisions supplémentaires sur les conditions de conservation des échantillons. En particulier, la congélation des échantillons de sol n'est pas recommandée. Il est préférable de congeler les extraits pour une conservation plus longue.



Version précédente	Présente version
	Une tolérance de 2°C est acceptée autour de la température de 20°C pour le processus d'extraction.
	Informations supplémentaires sur le dosage des éléments.

4. Annexes

Sans objet