

## E-II-5V1 : DÉTERMINATION DE L'AZOTE KJELDAHL

### 1. Objet

La présente méthode de référence spécifie une méthode de dosage de l'azote Kjeldahl dans l'eau.

### 2. Domaine d'application

La méthode s'applique aux eaux brutes, aux eaux potables et eaux résiduaires dont la concentration en azote est comprise entre 1 et 10 mgN/l. Pour des concentrations plus élevées, les échantillons doivent être dilués avant la minéralisation.

### 3. Définitions et abréviations

**Azote Kjeldahl** : azote organique et ammoniacal contenu dans l'échantillon et déterminé après minéralisation.

Il n'inclut pas les nitrates et les nitrites, ni nécessairement tout l'azote organique.

### 4. Interférences

La présence de nitrates et/ou de nitrites peut être la cause d'erreurs par défaut ou par excès. Les nitrates et/ou nitrites peuvent être réduits dans les conditions de l'essai en ammonium, conduisant à des résultats faux par excès. Les nitrates et/ou nitrites peuvent également former des sels d'ammonium avec l'ammonium présent dans l'échantillon. Ces sels peuvent se décomposer à la température de minéralisation, ce qui conduit à la perte d'azote gazeux et par conséquent à des résultats faux par défaut.

Des résultats faux par défaut peuvent également être obtenus si le processus de minéralisation est trop prolongé.

### 5. Principe

Minéralisation à chaud de l'échantillon pour libérer l'azote sous forme d'ammonium et dosage par titrimétrie ou par spectrophotométrie.

Les composés de l'azote dosables par la méthode sont transformés en sulfate d'ammonium par minéralisation avec de l'acide sulfurique en présence de sélénium comme catalyseur. L'ammonium est ensuite libéré par l'ajout d'une base avant d'être distillé dans une solution d'acide borique.

Dosage de l'ion ammonium du distillat par titrimétrie avec de l'acide titré.

L'ion ammonium peut aussi être dosé directement sur le minéralisat par spectrophotométrie.



## **6. Conditionnement et conservation de l'échantillon**

Prélever les échantillons dans des bouteilles en polyéthylène ou en verre. Ils doivent être analysés dès que possible, ou conservés entre 2 et 5 °C jusqu'à analyse. Si l'échantillon doit être conservé avant l'analyse, ajouter 6 ml de chloroforme (CHCl<sub>3</sub>) par litre d'échantillon (avec un minimum de 1 ml) et conserver les échantillons entre 2 et 5 °C. Analyser dans les 7 jours.

## **7. Appareillages et matériels utilisés**

**7.1.** Fioles de minéralisation Kjeldahl, spécialement adaptées, de capacité suffisante pour recevoir les prises d'essai utilisées au cours de l'analyse, et de toute façon, n'excédant pas 500 ml. Elles devront être conçues pour pouvoir être directement rattachées à l'appareil de distillation.

**7.2.** Appareil de distillation, composé d'une tête de distillation anti-projections et d'un réfrigérant vertical, dont une extrémité peut être immergée dans la solution absorbante. Si les fioles Kjeldahl ne sont pas conçues pour être raccordées directement à l'appareil de distillation, des ballons de distillation sont nécessaires.

**7.3.** Matériel de laboratoire courant.

## **8. Réactifs utilisés**

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**8.1. Eau**, exempte d'ammonium.

**8.2. Acide chlorhydrique**,  $\rho = 1.18$  g/ml

**8.3. Acide sulfurique**,  $\rho = 1.84$  g/ml

Note : de l'acide sulfurique de la plus grande pureté doit toujours être utilisé. Attacher une attention particulière aux spécifications du fabricant en ce qui concerne la teneur en azote.

**8.4. Hydroxyde de sodium**, solution à 500 mg/l.

**8.5. Acide chlorhydrique**, solution titrée,  $c(\text{HCl}) \sim 0.10$  mol/l. Cette solution doit être préparée par dilution de l'acide chlorhydrique (8.2) puis titrée par les méthodes habituelles. Des solutions du commerce, dont la concentration est garantie, peuvent également être utilisées.

**8.6. Acide chlorhydrique**, solution titrée,  $c(\text{HCl}) \sim 0.02$  mol/l. Cette solution doit être préparée par dilution de l'acide chlorhydrique (8.2 ou 8.5) puis titrée par les méthodes habituelles. Des solutions du commerce, dont la concentration est garantie, peuvent également être utilisées.

**8.7. Acide borique** indicateur, solution

Dissoudre  $20 \pm 1$  g d'acide borique (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) dans de l'eau chaude. Amener à température ambiante. Ajouter  $10.0 \pm 0.5$  ml de la solution d'indicateur au rouge de méthyle (8.7.1) et  $2.0 \pm 0.1$  ml de la solution de bleu de méthylène (8.7.2) et diluer à 1 litre avec de l'eau.



**8.7.1.** Dissoudre  $0.5 \pm 0.1$ g de rouge de méthyle dans environ 800 ml d'eau et diluer à 1 litre avec de l'eau.

**8.7.2.** Dissoudre  $1.5 \pm 0.1$ g de bleu de méthylène dans environ 800 ml d'eau et diluer à 1 litre avec de l'eau.

**8.8.** Mélange catalyseur : mélanger soigneusement  $1000 \pm 20$  g de sulfate de potassium et  $10.0 \pm 0.2$  g de sélénium en pastilles. Il existe également des mélanges catalyseurs vendus prêts à l'emploi souvent sous forme de pastilles.

*Remarque : Ce mélange est toxique. Il contient du sélénium. L'inhalation des poussières résultant de sa préparation ou de son emploi doit être évitée. Tous les résidus contenant du sélénium doivent être recueillis en vue de la récupération du sélénium ou de dispositions de contrôle.*

**8.9.** Régulateurs d'ébullition.

## **9. Mode opératoire**

### **9.1. Dosage**

- Introduire une prise d'essai de 250 ml dans un tube de minéralisation. Pour les concentrations supérieures, la prise d'essai initiale peut être ajustée.
- Ajouter 10 ml d'acide sulfurique concentré (8.3) et  $5.0 \pm 0.5$  g du mélange catalyseur (8.8).
- Ajouter quelques régulateurs d'ébullition et faire bouillir le mélange rapidement le contenu du ballon, sous hotte aspirante jusqu'à apparition de fumées blanches.
- Après disparition des fumées blanches, observer le minéralisat et lorsqu'il s'éclaircit pour devenir incolore ou légèrement brun, poursuivre le chauffage pendant 60 min.
- Après minéralisation, laisser la fiole refroidir à température ambiante. Pendant ce temps, prélever  $50 \pm 5$  ml d'indicateur (8.7) et les introduire dans le flacon récepteur de l'appareil de distillation (7.2); s'assurer que l'extrémité du réfrigérant est sous la surface de la solution d'acide borique.
- Ajouter avec précaution  $250 \pm 5$  ml d'eau dans la fiole en même temps que quelques régulateurs d'ébullition. Avec une éprouvette graduée, ajouter 50 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (8.4) et connecter aussitôt la fiole à l'appareil de distillation.
- Chauffer le ballon à distiller de façon à collecter le distillat à un débit d'environ 10ml/min. Arrêter la distillation lorsque 200 ml ont été recueillis. Titrer le distillat avec de la solution d'acide chlorhydrique (8.6), jusqu'au virage au rouge et noter le volume utilisé.
- Remarque : Pour des distillats d'échantillons contenant de fortes concentrations d'azote, la solution d'acide chlorhydrique (8.5) peut être utilisée.

### **9.2. Essai à blanc**

Procéder comme en 9.1, mais utiliser 250 ml d'eau distillée au lieu de la prise d'essai. Noter le volume d'acide chlorhydrique utilisé.



### 9.3. Mode opératoire sans étape de distillation

L'ion ammonium peut être dosé directement sur le minéralisat par spectrophotométrie. Après minéralisation et refroidissement de la fiole, ajouter  $50 \pm 10$  ml d'eau puis 2 gouttes d'une solution aqueuse de nitrophénol-4 à 1g/l. Ajouter alors, lentement, la solution d'hydroxyde de sodium (8.4) tout en agitant vigoureusement et en refroidissant la solution jusqu'à apparition d'une couleur jaune pâle persistante. Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique (8.3) jusqu'à disparition de la coloration. Transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter au volume avec de l'eau. Doser l'ammonium de cette solution en utilisant la méthode spectrométrique (voir ISO 11732). Les solutions d'étalonnage et l'essai à blanc doivent être préparés en suivant le même mode opératoire, car la forte concentration en sulfate de sodium de la solution minéralisée neutralisée affecte l'étalonnage de la méthode spectrométrique.

La concentration en ammonium, exprimée en milligrammes par litre, déterminée par spectrométrie doit être multipliée par le facteur  $200/V_0$ , où  $V_0$  est le volume de la prise d'essai en millilitres, pour obtenir la concentration d'azote Kjeldahl, en mg/l, de l'échantillon.

## 10. Calcul

La concentration en azote Kjeldahl de l'échantillon exprimée en mg N/ litre, est donnée par la formule :

$$\text{Conc. en } N_{Kj} \text{ (mg N/l)} = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c \times 14.01 \times 1000$$

où

$V_0$  est le volume, en ml, de la prise d'essai.

$V_1$  est le volume, en ml, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (8.6) utilisée pour le titrage.

$V_2$  est le volume, en ml, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (8.6) utilisée pour le titrage du blanc.

$c$  est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour le titrage.

14.01 est la masse atomique relative de l'azote.

## 11. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence à la présente méthode de la Région wallonne ;
- L'identification complète de l'échantillon ;
- La spécification de la méthode utilisée ;
- Les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis ;
- Une description du type d'appareillage utilisé ;
- Les résultats du dosage conformément au point 10 ;



- Les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

## 12. Références

NBN EN ISO 25663 : 1996 – Qualité de l'eau – Dosage de l'azote Kjeldahl – Méthode après minéralisation au sélénium.

ISO 11732 :2005 – Qualité de l'eau – dosage de l'azote ammoniacal – Méthode par analyse en flux (CFA et FIA) et détection.

ORIGINAL 2014

