

1.14559.0001

Spectroquant®

Test en tube Ammonium



1. Méthode

L'azote ammoniacal (NH₄-N) se présente en partie sous la forme d'ions ammonium et en partie sous la forme d'ammoniac. Il existe un équilibre pH-dépendant entre ces deux formes.

Dans une solution fortement alcaline ne contenant pratiquement que de l'ammoniac, ce dernier réagit avec les ions hypochlorites pour donner de la monochloramine. Celle-ci forme avec un phénol substitué un dérivé bleu d'indophénol qui est dosé par photométrie. En raison de la coloration jaune propre de la valeur à blanc des réactifs, la solution à mesurer apparaît en jaune-vert à vert.

La méthode est analogue à EPA 350.1, APHA 4500-NH₃ F, ISO 7150-1 et DIN 38406-5.

2. Domaine de mesure et nombre de dosages

Domaine de mesure	Nombre de dosages
4,0 - 80,0 mg/l de NH ₄ -N	25
5,2 - 103,0 mg/l de NH ₄ ⁺	

Données de programmation pour les photomètres / spectrophotomètres choisis, cf. www.service-test-kits.com.

3. Applications

Ce test dose aussi bien les ions ammonium que l'ammoniac dissous.

Echantillons:

- Eaux souterraines et eaux de surface, eau de mer
- Eau potable
- Eaux usées
- Solutions nutritives servant d'engrais
- Sols et aliments après prétraitement approprié de l'échantillon

4. Influence des substances étrangères

La vérification a eu lieu sur des solutions contenant 40 et 0 mg/l de NH₄-N. Le dosage n'est pas encore perturbé jusqu'aux concentrations de substances étrangères indiquées dans le tableau.

Concentrations de substances étrangères en mg/l ou %			
Al ³⁺	1000	Mn ²⁺	100
Ca ²⁺	1000	Ni ²⁺	250
Cd ²⁺	1000	NO ₂ ⁻	1000
CN ⁻	250	Pb ²⁺	1000
Cr ³⁺	100	PO ₄ ³⁻	1000
Cr ₂ O ₇ ²⁻	1000	S ²⁻	50
Cu ²⁺	250	SiO ₃ ²⁻	1000
F ⁻	1000	Zn ²⁺	500
Fe ³⁺	250		
Hg ²⁺	500		
Mg ²⁺	500		
		EDTA	1000
		Amines primaires¹⁾	0
		Amines secondaires ²⁾	100
		Aminophénols	100
		Aniline	250
		Triéthanolamine	1000
		Tensio-actifs ³⁾	1000
		Na acétate	10 %
		NaCl	20 %
		NaNO ₃	20 %
		Na ₂ SO ₄	20 %

Les réducteurs perturbent.

¹⁾ testé avec la méthylamine

²⁾ testé avec la diméthylamine

³⁾ testé avec des tensio-actifs non ioniques, cationiques et anioniques

5. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs.

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs-test sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage:

- 1 flacon de réactif NH₄-1K (contient des granulés + une capsule desséchante)
- 25 tubes à essai avec réactif
- 1 capuchon doseur bleu
- 1 feuille de pastilles autocollantes pour le numérotage des tubes

Autres réactifs et accessoires:

- MQuant™ Test Ammonium, art. 110024, domaine de mesure 10 - 400 mg/l de NH₄⁺ (8 - 311 mg/l de NH₄-N)
- MColorpHast™ Bandelettes indicatrices universelles pH 0 - 14, art. 109535
- Sodium hydroxyde en solution 1 mol/l TitriPUR®, art. 109137
- Acide sulfurique 0,5 mol/l TitriPUR®, art. 109072
- Spectroquant® CombiCheck 70, art. 114689
- Ammonium - solution étalon CRM, 6,00 mg/l de NH₄-N, art. 125025
- Ammonium - solution étalon CRM, 12,0 mg/l de NH₄-N, art. 125026
- Ammonium - solution étalon CRM, 50,0 mg/l de NH₄-N, art. 125027

Pipette pour un volume de pipettage de 0,10 ml

6. Préparation

- Rincer la verrerie avec de l'eau distillée jusqu'à absence d'ammonium.
- Ne pas employer de détergent!**



La série de mesures étant terminée, reboucher le flacon de réactif avec le bouchon fileté car le réactif est sensible à l'humidité atmosphérique qui influence sa fonction.

- Analysier les échantillons immédiatement après leur prélèvement.
- Vérifier la teneur en ammonium avec le test Ammonium MQuant™. Les échantillons contenant plus de 80,0 mg/l de NH₄-N doivent être dilués avec de l'eau distillée.
- Le pH doit être compris entre 4 et 13.** L'ajuster si nécessaire avec de l'hydroxyde de sodium en solution ou de l'acide sulfurique.
- Filtrer les échantillons troubles.

7. Mode opératoire

Echantillon préparé (20 - 30 °C)	0,10 ml	Pipetter dans le tube à essai (20 - 30 °C), boucher le tube et mélanger.
Réactif NH ₄ -1K	1 dose	Ajouter, boucher le tube hermétiquement et l'agiter vigoureusement jusqu'à dissolution totale du réactif.
Laisser reposer 15 minutes (temps de réaction), puis mesurer l'échantillon dans le photomètre.		

Remarques concernant la mesure:

- Les tubes utilisés pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Les troubles éventuels se développant après la réaction donnent des résultats trop élevés.
- Les échantillons exempts d'ammonium virent au jaune après addition du réactif NH₄-1K.
- Le pH de la solution à mesurer doit être compris entre 11,5 et 11,8.
- La couleur de la solution à mesurer reste stable pendant un minimum de 60 minutes passé le temps de réaction indiqué plus haut.
- A des concentrations d'ammonium supérieures à 5000 mg/l, d'autres produits de réaction se forment et on obtient des résultats trop faibles. Dans ce cas, il est conseillé d'effectuer un contrôle de plausibilité des résultats par la dilution de l'échantillon (1:10, 1:100).

8. Assurance de la qualité d'analyse

conseillé avant chaque série de mesures

Pour le contrôle du système de mesure photométrique (réactif-test, dispositif de mesure, manipulation) et du mode opératoire, on peut utiliser les solutions étalon d'ammonium, CRM, 6,00 mg/l de NH₄-N (art. 125025), 12,0 mg/l de NH₄-N (art. 125026) et 50,0 mg/l de NH₄-N (art. 125027) ou le CombiCheck 70 Spectroquant®. Outre une **solution étalon** avec 50,0 mg/l de NH₄-N, le CombiCheck 70 contient aussi une **solution additive** pour la détermination des interférences dépendant de l'échantillon (effets de matrice).

Remarques complémentaires, cf. sous www.qa-test-kits.com.

Données caractéristiques de la qualité:

Le contrôle en cours de production a déterminé les données suivantes selon ISO 8466-1 et DIN 38402 A51:

Ecart-type du procédé (mg/l de NH ₄ -N)	± 0,49
Coefficient de variation du procédé (%)	± 1,2
Fiabilité (mg/l de NH ₄ -N)	± 1,2
Nombre de lots	43

Données caractéristiques du procédé:

Sensibilité: Absorbance 0,010 A correspond à (mg/l de NH ₄ -N)	0,4
Exactitude d'une valeur mesurée (mg/l de NH ₄ -N)	max. ± 1,9

Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site web.

9. Remarques

- Reboucher le flacon immédiatement après le prélèvement du réactif.
- Pour commander les instructions sur l'élimination des déchets, cf. www.disposal-test-kits.com.**

Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany,
Tel. +49(0)6151 72-2440
www.analytical-test-kits.com

EMD Millipore Corporation, 290 Concord Road,
Billerica, MA 01821, USA, Tel. +1-978-715-4321

