

1.14752.0001
1.14752.0002

Spectroquant® Test 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 un agent de chloration pour donner de la monochloramine. Celle-ci forme avec du thymol 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

Cuve mm	Domaine de mesure		Nombre de dosages
	mg/l de NH ₄ -N	mg/l de NH ₄ ⁺	
50	0,010 - 0,500	0,013 - 0,644	250 (art. 1.14752.0002) ou
20	0,03 - 1,50	0,04 - 1,93	500 (art. 1.14752.0001)
10	0,05 - 3,00	0,06 - 3,86	

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 potable

Eau de mer¹⁾

Eaux usées

Eaux d'aquarium

Solutions nutritives servant d'engrais

Sols et aliments après prétraitement approprié de l'échantillon

(Applications, cf. site web)

¹⁾ Pour doser l'ammonium dans l'eau de mer, **après** addition du réactif NH₄-1, ajouter 0,1 ml d'hydroxyde de sodium en solution 5 mol/l. Puis procéder comme décrit au § 7 (« Mode opératoire »).

4. Influence des substances étrangères

La vérification a eu lieu sur des solutions contenant 2 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	Mg ²⁺	100	EDTA	500
Ca ²⁺	1000	Mn ²⁺	10	Amines primaires ¹⁾	0
Cd ²⁺	100	Ni ²⁺	100	Amines secondaires ²⁾	0
CN ⁻	1	NO ₂ ⁻	100	Tensio-actifs ³⁾	500
Cr ³⁺	100	Pb ²⁺	1000	Na acétate	10 %
Cr ₂ O ₇ ²⁻	1000	PO ₄ ³⁻	100	NaCl	10 %
Cu ²⁺	10	S ²⁻	1	NaNO ₃	20 %
F ⁻	10	SiO ₃ ²⁻	500	Na ₂ SO ₄	20 %
Fe ³⁺	100	Zn ²⁺	100		
Hg ²⁺	100				

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:

Réactif NH₄-1: 1 flacon

Réactif NH₄-2: 2 flacons (art. 1.14752.0002) ou
3 flacons (art. 1.14752.0001)

Réactif NH₄-3: 1 flacon

1 AutoSelector

Autres réactifs et accessoires:

Sodium hydroxyde en solution 1,000 l Combi-Titrisol®, 5 mol/l, art. 109913

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 50, art. 114695

Ammonium - solution étalon CRM, 0,400 mg/l de NH₄-N, art. 125022

Ammonium - solution étalon CRM, 1,00 mg/l de NH₄-N, art. 125023

Ammonium - solution étalon CRM, 1,00 mg/l de NH₄-N, art. 125024

Pipettes pour volumes de pipettage de 0,60 et 5,0 ml

Cuves rectangulaires 10, 20 et 50 mm (2 de chaque), art. 114946, 114947 et 114944

Cuves semi-micro 50 mm (2 unités), art. 173502

6. Préparation

- Rincer la verrerie avec de l'eau distillée jusqu'à absence d'ammonium. **Ne pas employer de détergent.**
- Analyser les échantillons immédiatement après leur prélèvement.
- **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)	5,0 ml	Pipetter dans une éprouvette.
Réactif NH ₄ -1 (20 - 30 °C)	0,60 ml	Ajouter à la pipette et mélanger.
Réactif NH ₄ -2	1 microcuiller bleue arasée (dans le bouchon du flacon NH ₄ -2)	Ajouter et agiter vigoureusement jusqu'à dissolution totale du réactif.
Laisser reposer 5 minutes (temps de réaction A).		
Réactif NH ₄ -3	4 gouttes ¹⁾	Ajouter et mélanger.
Laisser reposer 5 minutes (temps de réaction B), puis introduire l'échantillon dans la cuve et mesurer dans le photomètre.		

¹⁾ Pendant l'addition du réactif tenir le flacon verticalement.

Pour la mesure dans la cuve de 50 mm, le volume de l'échantillon ainsi que les quantités des réactifs NH₄-1, NH₄-2 et NH₄-3 doivent être doublés. Ou bien, on peut utiliser la cuve semi-micro art. 173502.

Remarques concernant la mesure:

- Selon le type de photomètre, il est nécessaire de préparer un échantillon à blanc (comme l'échantillon à mesurer, mais avec de l'eau distillée à la place de l'échantillon).
- Les cuves utilisées 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 NH₄-3.
- Le pH de la solution à mesurer doit être env. 12,5.
- La couleur de la solution à mesurer reste stable pendant un minimum de 60 minutes passé le temps de réaction B indiqué plus haut.
- A des concentrations d'ammonium supérieures à 100 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, 0,400 mg/l de NH₄-N (art. 125022), 1,00 mg/l de NH₄-N (art. 125023) et 2,00 mg/l de NH₄-N (art. 125024) ou le CombiCheck 50 Spectroquant®. Outre une solution étalon avec 1,00 mg/l de NH₄-N, le CombiCheck 50 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 (cuve de 10 mm):

Ecart-type du procédé (mg/l de NH ₄ -N)	± 0,023
Coefficient de variation du procédé (%)	± 1,5
Fiabilité (mg/l de NH ₄ -N)	± 0,06
Nombre de lots	40

Données caractéristiques du procédé:

	Domaine de mesure mg/l de NH ₄ -N	
	0,010 - 0,500	0,05 - 3,00
Sensibilité: Absorbance 0,010 A correspond à (mg/l de NH ₄ -N)	0,002	0,01
Exactitude d'une valeur mesurée (mg/l de NH ₄ -N)	max. ± 0,016	max. ± 0,08

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

9. Remarques

- Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.
- 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

