

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,
DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,
DE LA FAUNE ET DES PARCS

Méthode d'analyse

MA.303 – Nutriments

2023-03-07(révision 7)

Détermination de l'azote total, des nitrites et nitrates et de l'azote ammoniacal dans l'eau : méthode colorimétrique automatisée

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par la Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (DGCSCEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974
Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp
Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document :

Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs

675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7
Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2023
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-550-94046-3 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec – 2023

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	2
4. Conservation	3
5. Matériel et appareillage	3
6. Réactifs et étalons	4
7. Protocole d'analyse	9
7.1 Préparation du matériel	9
7.2 Prétraitement des échantillons	9
7.3 Dosage	9
8. Calcul et expression des résultats	10
9. Critères d'acceptabilité	10
10. Bibliographie	11
Figures	
Schéma du système de dosage automatisé de l'azote ammoniacal	12
Schéma du système de dosage automatisé des nitrites et nitrates	13
Schéma du système de dosage automatisé de l'azote total	14

Introduction

L'azote est un élément important dans le développement des organismes vivants. Cependant, une trop petite ou une trop grande concentration d'azote peut engendrer des perturbations dans le milieu aquatique. Dans l'environnement, l'azote se trouve sous plusieurs formes chimiques, dont les nitrates, les nitrites, l'azote ammoniacal et l'azote lié à la matière organique. Toutes ces formes se trouvent en quantités variables dans la nature. Les activités humaines en sont une importante source d'émission.

L'ion nitrate (NO_3^-) est la principale forme d'azote combiné trouvée dans les eaux naturelles. L'ion nitrite (NO_2^-) s'oxyde facilement en ion nitrate et, pour cette raison, il est rarement présent en concentration importante dans les eaux naturelles. Les principales sources de rejet du nitrate sont les effluents industriels et municipaux ainsi que le lessivage des engrais inorganiques azotés utilisés pour fertiliser les terres agricoles. L'azote ammoniacal (NH_3 , NH_4^+) dans les eaux naturelles peut provenir de la décomposition des composés organiques azotés par les bactéries, du lessivage des terres agricoles et des minéraux argileux ainsi que des eaux d'égout municipaux et industriels. La concentration de l'azote ammoniacal est généralement faible dans l'eau souterraine, puisqu'il s'adsorbe sur les particules du sol et sur l'argile.

L'azote lié à la matière organique se trouve dans certains effluents industriels, dans les eaux usées municipales et dans les eaux de ruissellement des terres agricoles. Les fumiers, les lisiers et les boues d'usine d'épuration contiennent généralement des concentrations élevées de substances azotées.

1. Domaine d'application

La méthode MA.303 - Nutriments sert à déterminer l'azote total, les nitrites et les nitrates ainsi que l'azote ammoniacal dans l'eau potable, dans l'eau souterraine et dans l'eau de surface. L'azote total est constitué de la somme de trois composantes : l'azote ammoniacal, les nitrites et nitrates et l'azote lié à la matière organique qui est libéré lors de l'oxydation en présence de rayons UV. La concentration d'azote lié à la matière organique peut donc être obtenue en effectuant la différence entre le résultat de l'azote total et les résultats combinés de l'azote ammoniacal, des nitrites et des nitrates.

Les domaines d'application sont présentés dans le tableau suivant. Ceux-ci peuvent être étendus en effectuant les dilutions appropriées.

	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
N-Ntot	0,02	6,0
N-NO ₂ -NO ₃	0,02	3,0
N-NH ₃	0,005	1.5

2. Principe et théorie

Pour la détermination des ions nitrates et nitrites, les nitrates sont d'abord réduits en nitrites en milieu alcalin par l'intermédiaire du sulfate d'hydrazine en présence de sulfate de cuivre, qui agit comme catalyseur.

Ensuite, les nitrates réduits et les nitrites originaux réagissent avec le sulfanilamide pour former un composé diazoïque qui se combine en milieu acide avec le dihydrochlorure de N-(1-naphthyl)-éthylènediamine pour former un composé rosé à violet, dont l'absorbance à 540 nm est proportionnelle à la concentration des ions nitrites et nitrates.

L'azote ammoniacal chauffé en présence de salicylate et d'isocyanurate en milieu tampon alcalin, forme un complexe vert dont l'absorbance à 660 nm est proportionnelle à la concentration d'azote ammoniacal. L'intensité de la coloration peut être augmentée par l'addition de nitroprussiate de sodium.

L'azote total contenu dans l'échantillon est oxydé en nitrates au moyen d'une digestion au persulfate de potassium sous l'action d'une source de lumière ultraviolette. Après la digestion, les ions nitrates sont réduits en nitrites par l'intermédiaire du sulfate d'hydrazine en présence de sulfate de cuivre. Les nitrites réagissent avec le sulfanilamide pour former un composé diazoïque qui se combine en milieu acide avec le dihydrochlorure de N-(1-naphthyl)-éthylènediamine et forme, finalement, un composé allant de rosé à violet, dont l'absorbance à 540 nm est proportionnelle à la concentration d'azote total dans l'échantillon.

3. Interférence

Pour les trois paramètres, la couleur, la turbidité et la présence de solides en suspension causent une interférence positive. Les solides en suspension et la turbidité peuvent être enlevés par filtration. L'interférence causée par la couleur peut être éliminée par distillation.

Pour les nitrites et les nitrates, les principales interférences sont les ions métalliques en grande concentration, les sulfures, le chlore, les ions ferriques et les phosphates. Des concentrations de sulfure de 10 mg/l causent un biais négatif de 10 % dans le dosage des nitrates.

Pour l'azote ammoniacal, le calcium et le magnésium, en solution alcaline, forment un précipité qui causera une interférence positive en diffusant la lumière. Le laurylsulfate de sodium et quelques détergents peuvent causer une faible récupération de l'azote ammoniacal.

Pour l'azote total, les ions chlorures sont suspectés de causer de l'interférence.

4. Conservation

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique. S'il n'est pas nécessaire de le filtrer, acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ en ajoutant de l'acide sulfurique. Si l'échantillon doit être filtré, le délai entre le prélèvement et la filtration ne doit pas excéder 48 heures. Après la filtration, le filtrat est acidifié à $\text{pH} < 2$ en ajoutant de l'acide sulfurique et le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce qui apparaissent ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1. Échantillonneur de marque SKALAR Analytical
- 5.2. Un analyseur à débit segmenté (*Segmented flow analysis*) de marque SKALAR, modèle San ++, incluant :
 - 5.2.1 Une pompe multicanaux
 - 5.2.2 Un ou plusieurs conduits (*manifold*) capables de faire réagir les échantillons et les réactifs dans les proportions et l'ordre requis
 - 5.2.3 Un ou plusieurs détecteurs colorimétriques capables de mesurer l'absorbance aux longueurs d'onde précisées
- 5.3. Tubes pour la pompe en PVC ou TYGON^{MD}
- 5.4. Un aiguilleur de solution (*splitter*) permettant de passer des réactifs à l'eau ultra pure en mode manuel ou contrôlé par le logiciel
- 5.5. Un contrôleur de communication, qui sert d'interface entre l'analyseur et le poste informatique
- 5.6. Le logiciel de contrôle Flow access V3
- 5.7. Rampe de filtration à entonnoirs

- 5.8. Filtre Whatman de type GF/C dont la porosité est de 1,2 µm avec un diamètre de 47 mm (ou l'équivalent) ou fibre de verre de porosité de 0,45 µm et de 47 mm de diamètre (ou l'équivalent)
- 5.9. pH-mètre
- 5.10. Étuve

6. Réactifs et étalons

Lorsque l'utilisation de réactifs commerciaux de qualité particulière est nécessaire, une mention à cet effet est ajoutée après le nom du produit. Les solutions peuvent être préparées à un volume différent, à condition que les proportions soient respectées.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau ultrapure. L'eau peut être purgée avant utilisation pour la préparation des solutions au besoin.

A moins d'indication contraire, les solutions doivent être conservées à l'abri de la lumière et à 4°C lorsqu'elles ne sont pas utilisées. À moins d'indication contraire, les solutions peuvent être conservées à la température de la pièce.

6.1 Réactifs commerciaux

- 6.1.1 Acide sulfurique, H₂SO₄ (98 %) (CAS no 7664-93-9)
- 6.1.2 Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS no 1310-73-2)
- 6.1.3 Acide phosphorique, H₃PO₄ (85%) (CAS no 7664-38-2)
- 6.1.4 Salicylate de sodium, C₇H₅NaO₃ (CAS no 54-21-7)
- 6.1.5 Nitroprussiate de sodium, Na₂Fe(CN)₅NO.2 H₂O (CAS no 13755-38-9)
- 6.1.6 Sulfate de cuivre pentahydraté, CuSO₄ • 5 H₂O (CAS no 7758-99-8)
- 6.1.7 Nitrate de potassium, KNO₃ (CAS no 7757-79-1)
- 6.1.8 Chlorure d'ammonium, NH₄Cl (CAS no 12125-02-9)
- 6.1.9 Sulfanilamide, C₆H₈N₂O₂S (CAS no 63-74-1)
- 6.1.10 NED (dichlorhydrate de N-(1-naphthyl)-éthylène diamine), C₁₂H₁₄N₂·2HCl (CAS no 1465-25-4)
- 6.1.11 Sulfate d'hydrazine, (NH₂)₂.H₂SO₄ (CAS no 10034-93-2)
- 6.1.12 Acide borique, H₃BO₃ (CAS no 10043-35-3)
- 6.1.13 Persulfate de potassium, grade Sigma Ultra (< 99 %) K₂S₂O₈ (CAS no 7727-21-1)
- 6.1.14 Brij-35 30% (CAS no 9002-92-0)

- 6.1.15 Hypochlorite de sodium, NaOCl (CAS no7681-52-9)
- 6.1.16 Nitrite de potassium, KNO₂ (CAS no7758-09-0)
- 6.1.17 Citrate de sodium dihydraté, C₆H₉Na₃O₉ • 2 H₂O(CAS no6132-04-3)
- 6.1.18 Acide chlorhydrique, HCl (CAS no7647-01-0)
- 6.1.19 Urée 99 % (CAS no57-13-6)
- 6.1.20 Dichloroisocyanurate de sodium, C₃Cl₂N₃NaO₃ (CAS no2893-78-9)
- 6.1.21 Tartrate de sodium potassium tétrahydraté, KNaC₄H₄O₆ • 4 H₂O (CAS no6381-59-5)

6.2 Solutions de nettoyage

6.2.1 NaOCl 1 % V/V

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, ajouter 10 ml d'hypochlorite de sodium. Compléter au trait de jauge. Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.2.2 HCl 1M

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, ajouter 81 ml d'acide chlorhydrique concentré. Compléter au trait de jauge. Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.3 Solutions communes aux trois paramètres

- 6.3.1 Solution d'acide sulfurique 8N (pour la préservation des échantillons et des étalons)

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 600 ml d'eau, ajouter lentement 225 ml d'acide sulfurique concentré. Réaction exothermique. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge. Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.3.2 Solution de rinçage

Dans une fiole jaugée de 2000 ml contenant environ 800 ml d'eau, ajouter 2,25 ml d'acide sulfurique concentré. Réaction exothermique. Laisser refroidir et compléter à 2000 ml avec de l'eau puis ajouter 1 mL/L de Brij-35 30%. Délai de conservation jusqu'à épuisement.

6.3.3 Solution de piège à NH₃ dans l'air

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, ajouter 139 ml d'acide sulfurique concentré. Réaction exothermique. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge. Cette solution se conserve jusqu'à épuisement

6.3.4 Solution pour préparation des étalons

Dans une fiole jaugée de 2000 ml contenant environ 800 ml d'eau, ajouter 10 ml d'acide sulfurique 8N. Réaction exothermique. Compléter à 2000 ml avec de l'eau

et mélanger par inversion. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine.

6.4 Solutions pour azote total

6.4.1 Solution oxydante de persulfate de potassium

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 900 ml d'eau, ajouter 40 g de persulfate de potassium préalablement purifié et 12 g d'hydroxyde de sodium. Dissoudre à l'aide d'un agitateur magnétique. Compléter au trait de jauge. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine.

NOTE – Une contamination en azote est répertoriée pour le persulfate de potassium. Il est important de choisir un grade à la plus basse teneur en azote, mais cela ne sera pas toujours suffisant. La recristallisation du persulfate peut s'avérer utile pour diminuer la contamination en azote.

6.4.2 Solution d'acide borique

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 900 ml d'eau, dissoudre 24,0 g d'acide borique à l'aide d'un agitateur magnétique. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine.

6.4.3 Solution de Brij-35 0,1 % V/V

Dans un bécher de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau ultrapure, ajouter 1 ml de Brij-35. Compléter à 1000 ml avec de l'eau. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine.

6.4.4 Solution d'hydrazine sulfate

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre 1,9 g de sulfate d'hydrazine et ajouter 1,5 ml de la solution de sulfate de cuivre. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine à l'abris de la lumière.

6.5 Solutions pour les nitrites et nitrates

6.5.1 Solution d'hydrazine sulfate

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre 2,1 g de sulfate d'hydrazine et ajouter 1,5 ml de la solution de sulfate de cuivre. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine à l'abris de la lumière.

6.6 Solutions communes pour les nitrites et les nitrates et azote total

6.6.1 Solution d'hydroxyde de sodium

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre 6 g d'hydroxyde de sodium. Compléter à 1000 ml avec de l'eau et ajouter 3 ml de Brij-35 30 %. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine à 4°C.

6.6.2 Solution mère de sulfate de cuivre

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre 12 g de sulfate de cuivre pentahydrate. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Le délai de conservation de cette solution est d'une année.

6.6.3 Solution tampon tartrate/citrate

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, ajouter 33 g de tartrate de sodium potassium et 24 g de citrate de sodium dihydrate. Compléter à 1000 ml, ajouter 3 ml de Brij-35 30 % et mélanger à l'aide d'un barreau aimanté. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine à 4°C.

6.6.4 Réactif colorant de sulfanilamide

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 150 ml d'acide phosphorique, 10 g de sulfanilamide et 0,5 g de NED. Bien mélanger pour mouiller les solides et agiter jusqu'à dissolution complète. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Le délai de conservation de cette solution est deux semaines si elle est conservée dans un contenant opaque ou ambré et à 4°C lorsqu'elle n'est pas utilisée.

6.7 Solutions pour l'azote ammoniacal

6.7.1 Solution tampon tartrate/citrate (pH 5,2)

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, ajouter 33 g de tartrate de sodium potassium et 24 g de citrate de sodium dihydrate. Compléter à 1000 ml, ajouter 3 ml de Brij-35 30 % et mélanger à l'aide d'un barreau aimanté. Ajuster le pH à 5,2 ± 0,1 à l'aide de HCl. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine à 4°C.

6.7.2 Solution de salicylate de sodium

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre 25 g d'hydroxyde de sodium et 80 g de salicylate de sodium. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine à l'abris de la lumière.

6.7.3 Solution de nitroprussiate de sodium

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre 1,0 g de nitroprussiate de sodium. Bien mélanger. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine à l'abris de la lumière.

6.7.4 Solution de dichloroisocyanurate de sodium

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre 1,0 g de dichloroisocyanurate de sodium. Bien mélanger. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Le délai de conservation de cette solution est d'une semaine dans un contenant en plastique.

6.8 Solutions étalons

6.8.1 Solution étalon mère d'azote ammoniacal de 1000 mg/l N-NH₃

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre exactement 3,819 g de chlorure d'ammonium, préalablement séché à 110 °C pendant 4 heures. Ajouter 2 ml d'acide sulfurique concentré et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Cette solution se conserve une année à 4°C.

6.8.2 Solution mère de nitrate de 1 000 mg/l N-NO₃

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre exactement 7,218 g de nitrate de potassium préalablement séché à 110 °C pendant 4 heures. Ajouter 2 ml d'acide sulfurique concentré et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Cette solution peut être conservée une année à 4°C.

6.8.3 Solution mère d'urée de 1000 mg/L N-organique

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, dissoudre exactement 2,166 g d'urée préalablement séchée pendant au moins 4 heures à 70°C. Ajouter 2 ml d'acide sulfurique concentré et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Cette solution peut être conservée quatre mois à 4°C.

6.8.4 Solution étalon intermédiaire en azote total de 20 mg/l N (3 mg/l N-NH₃, 7 mg/l N-organique et 10 mg/l N-NO₃)

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 800 ml d'eau, introduire à l'aide d'une pipette 3 ml de la solution étalon mère d'azote ammoniacal de 1000 mg/l N-NH₃, 7 ml de la solution 1000 mg/l N-Organique et 10 ml de la solution étalon mère de nitrate de 1000 mg/l N-NO₃. Ajouter 1,25 ml d'acide sulfurique concentré et compléter à 1000 ml avec de l'eau. Bien mélanger. Cette solution peut être conservée trois mois.

6.8.5 Solutions étalons

Dans des fioles jaugées de 100 ml contenant environ 25 ml de la solution de jauge, ajouter les volumes indiqués de la solution intermédiaire et compléter à 100 ml avec la solution de jauge. Ces solutions peuvent être conservées une semaine.

	Volumes à ajouter (ml)								
	Étalon <u>1</u>	Étalon <u>2</u>	Étalon <u>3</u>	Étalon <u>4</u>	Étalon <u>5</u>	Étalon <u>6</u>	Étalon <u>7</u>	Étalon <u>8</u>	Étalon <u>9</u>
Solution intermédiaire d'azote total 20 mg/l N	0	<u>0,5</u>	1	2	5	10	20	30	50

Concentration des ions dans les solutions étalons

	Concentrations								
	Étalon <u>1</u>	Étalon <u>2</u>	Étalon <u>3</u>	Étalon <u>4</u>	Étalon <u>5</u>	Étalon <u>6</u>	Étalon <u>7</u>	Étalon <u>8</u>	Étalon <u>9</u>
mg/l N-NH ₃	0	<u>0,015</u>	0,03	0,06	0,15	0,3	0,6	0,9	1,5
mg/l N-organique	0	<u>0,04</u>	0,07	0,14	0,35	0,7	1,4	2,1	3,5
mg/l N-NO ₃	0	<u>0,05</u>	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0	3,0	5,0*

	Concentrations								
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5	Étalon 6	Étalon 7	Étalon 8	Étalon 9
mg/l N	0	0,10	0,2	0,4	1,0	2,0	4,0	6,0	10,0*

* Ce niveau d'étalon n'est pas inclus dans l'étalonnage mais est tout de même employé comme « tracer » par le logiciel Flowaccess

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, [DR-12-SCA-01](#), sont suivies pour garantir une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1 Préparation du matériel

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse.

7.2 Prétraitement des échantillons

Les échantillons peuvent être filtrés sur des filtres de porosité 1,2 µm ou 0,45 µm selon la demande du client.

7.3 Dosage

Mettre sous tension l'échantillonneur automatique, l'instrument et la pompe. Attendre que l'échantillonneur ait terminé son initialisation, un son est émis, avant de passer au suivant.

Note : L'ordre est important pour un bon fonctionnement de la communication.

- 7.3.1 Attendre environ 30 secondes avant de mettre le contrôleur sous tension.
- 7.3.2 Attendre que le contrôleur ait terminé son initialisation avant de lancer le logiciel Flowaccess. Une inscription sur l'écran LCD indiquera que le contrôleur est prêt.
- 7.3.3 Dans logiciel Flowaccess, cliquer sur le « ID » de l'instrument pour établir la connexion avec le contrôleur.
- 7.3.4 Placer le « pump deck » dans en mode analyse « Online status ».
- 7.3.5 Placer les tubes de chaque réactif dans l'eau.
- 7.3.6 Mettre la pompe en marche.
- 7.3.7 Mettre les tubes dans les réactifs correspondants
- 7.3.8 Mettre l'aiguilleur (*Splitter*) en mode réactif soit manuellement ou à l'aide du logiciel.
- 7.3.9 Vérifier l'aspiration et le sens d'écoulement de tous les réactifs un à la fois.

- 7.3.10 Mettre le logiciel en mode *Baseline* et attendre jusqu'à l'obtention d'une ligne de base stable (environ 30 minutes).
- 7.3.11 Disposer les solutions étalons, les échantillons et les contrôles sur les plateaux de l'échantillonneur et lancer l'analyse.
- 7.3.12 Lorsque la séquence est terminée, le logiciel commandera à l'aiguilleur de se placer en mode eau. Cette opération peut être réalisée manuellement également. Tous les autres tubes des réactifs peuvent être mis ensemble dans l'eau ultrapure; laisser aspirer pendant 30 minutes.
- 7.3.13 Éteindre l'instrument, la pompe, l'échantillonneur automatique et le contrôleur.
- 7.3.14 Placer le pump deck dans sa position d'attente « *Standby status* ».

8. Calcul et expression des résultats

Les résultats sont obtenus à l'aide du logiciel d'analyse. Ils sont exprimés en mg/l N pour l'azote total, en mg/l N-NO₃-NO₂ pour les nitrites et les nitrates et en mg/l N-NH₃ pour l'azote ammoniacal à partir de l'équation suivante :

$$C = A \times F$$

où

- C : concentration d'azote dans l'échantillon (mg/l N);
- A : concentration d'azote dans la solution dosée (mg/l N);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

9. Critères d'acceptabilité

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts types.
Duplicata et réplcats	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplcat) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 10 %.
Blanc	Pour l'azote ammoniacal et pour les nitrites et les nitrates, la valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de détection. Pour l'azote total, la valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de quantification.
Ajouts dosés	Le pourcentage de récupération doit être entre 80 % et 120 %.
Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est du type linéaire pour les trois canaux. Le coefficient de corrélation (<i>r</i>) doit être au minimum de 0,995.

Les chimistes peuvent valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

10. Bibliographie

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION, WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 4500-NH₃ H-Flow Injection Analysis, 4500-N B, In-line UV/Persulfate digestion and oxidation with flow injection analysis 4500-NO₃-H. Automated Hydrazine Reduction Method, 22nd Edition, 2012.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante, [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante, [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]

SKALAR ANALYTICAL, *Total Nitrogen UV dig. Analysis*, Catnr 475, édition courante.

SKALAR ANALYTICAL, *Nitrate + Nitrite Analysis*, Catnr 455, édition courante.

SKALAR ANALYTICAL, *Ammonia. Analysis*, Catnr 155, édition courante.

Figure 1

Schéma du système de dosage automatisé de l'azote ammoniacal

FLOW DIAGRAM

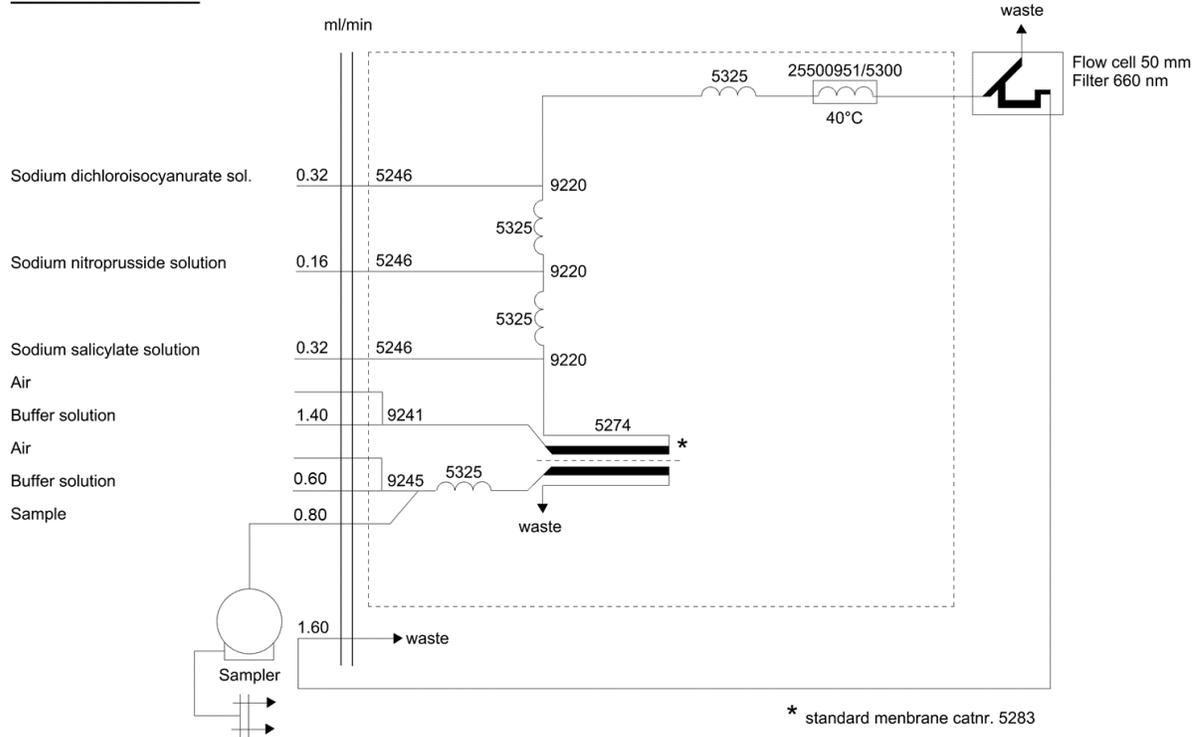
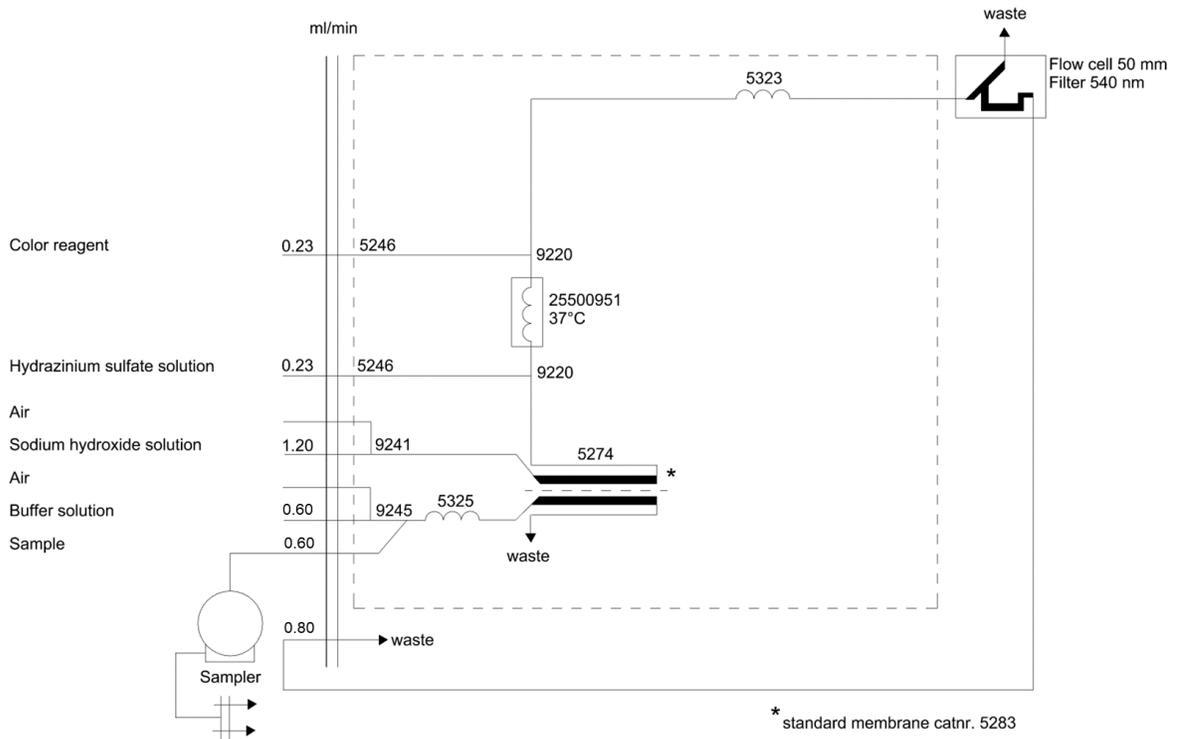


Figure 2

Schéma du système de dosage automatisé des nitrites et nitrates

FLOW DIAGRAM





**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 