

Nitrate + Nitrite dans les eaux salines : Dosage colorimétrique par flux continu segmenté (SFA)

Références de la méthode

| | |
|---|--|
| La méthode qui suit est dérivée de la publication suivante | A. Aminot, R. Kérouel 2007. Dosage automatique des nutriments dans les eaux marines : méthodes en flux continu. Editions Ifremer, méthodes d'analyse en milieu marin, 188 p. |
| Norme dont est tirée la méthode | Néant |
| Niveau de validation selon Norman | Niveau 1 |
| Code SANDRE de la méthode (suivant niveau de validation) | 755 |

Généralités

| | |
|---|---|
| Nom de la famille de substances | Nutriment |
| Nom des substances individuelles | Somme nitrate + nitrite ($\text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$) |
| Code SANDRE des substances individuelles | 6364 : Somme nitrate + nitrite ($\text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-$) |
| Matrice analysée | Eaux salines |
| Acronyme | SFA |
| Principe de la méthode | Les nitrates sont réduits en nitrites par passage de l'échantillon sur une colonne de cadmium traitée au cuivre. Les nitrates réduits ainsi que les nitrites déjà présents dans l'échantillon réagissent avec le sulfanilamide pour produire un diazoïque qui réagit avec le N-naphtyl-éthylènediamine (NED) en milieu acide pour donner une coloration rose. L'analyse colorimétrique est réalisée à une longueur d'onde de 540 nm à l'aide d'un auto analyseur en flux continu. |
| Domaine d'application | Domaine faible : 0,2 à 10,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ Domaine intermédiaire : 10,0 à 50,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ Domaine fort : 50,0 à 500,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ |
| Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse | Il est nécessaire de mesurer la salinité de l'échantillon pour déterminer l'interférence provoquée par « l'effet de sel ». La présence de sel peut en effet modifier les conditions de réaction et/ou modifier les caractéristiques d'adsorption du composé analysé ou de son produit de réaction sur les parois du circuit analytique. |
| Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode | Les échantillons sont manipulés avec des gants. |

AVERTISSEMENT : Il convient que l'utilisateur de cette méthode connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Cette méthode n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur. Certains des solvants utilisés dans le mode opératoire sont toxiques et dangereux. Les manipuler avec précaution.

Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément à cette méthode soient exécutés par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

Protocole analytique

Prétraitement

| | |
|---|--|
| Fraction analysée | Fraction dissoute |
| Conditionnement et conservation des échantillons - Protocole : - Nature du contenant de stockage : - Lavage du contenant : - Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) : | <p>Lors de l'échantillonnage sur le terrain, pré-filtration de préférence à 10 µm sur une membrane en nylon rincée à l'eau déminéralisée. Le remplissage doit être inférieur au $\frac{3}{4}$ du volume total du flacon. Congélation à -25°C pendant plusieurs mois.</p> <p>Flacons en polyéthylène haute densité (HDPE) de 30 à 100 mL</p> <p>Lavage à l'acide dilué (HCl 1%). Rinçage à l'eau déminéralisée suivi de 3 rinçages avec l'échantillon lors du prélèvement.</p> <p>L'échantillon doit être congelé au plus tôt après le prélèvement (max 10 h). Stable plusieurs mois en cas de congélation à - 25°C, flacon maintenu debout.</p> |
| Filtration - Type de filtre et méthode de nettoyage : - Type de support de filtration : | <p>Membrane filtrante nylon de porosité 10 µm (filtration terrain).</p> <p>Néant</p> |
| Pré-traitement des échantillons liquide ou solide | Centrifugation après décongélation de l'échantillon à température ambiante ou au réfrigérateur (flacon debout) |

Analyse

| | |
|--|----------------------------------|
| Volume ou masse de la prise d'essai (mL ou mg selon la phase analysée) | < 5 mL pour chaque prise d'essai |
| Dérivation | Néant |
| Extraction | Néant |
| Purification | Néant |
| Conservation de l'extrait | sans objet |
| Minéralisation | Néant |
| Volume ou masse finale avant analyse | sans objet |

Méthode analytique utilisée

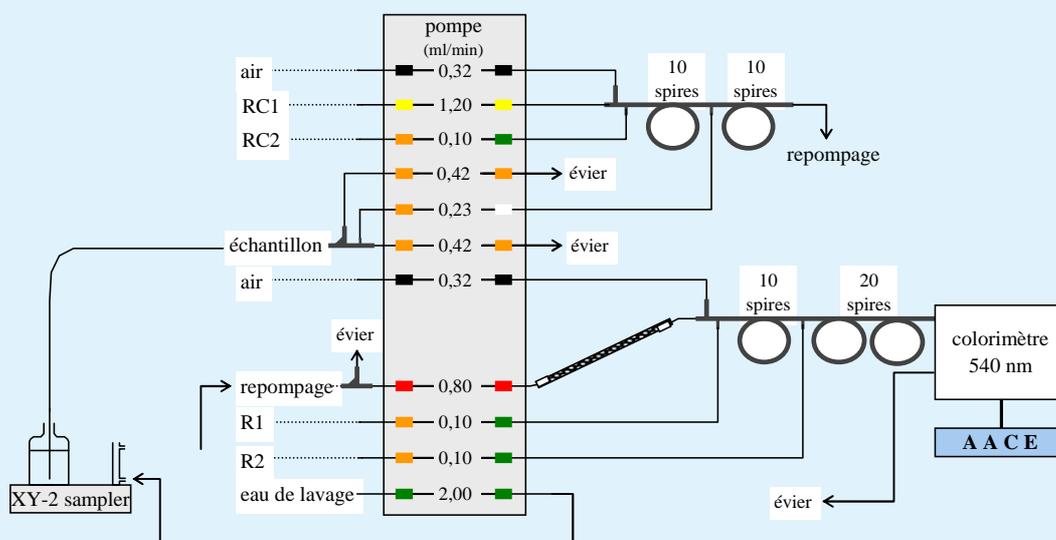
Dosage spectrophotométrique par flux continu segmenté.

Détecteur :

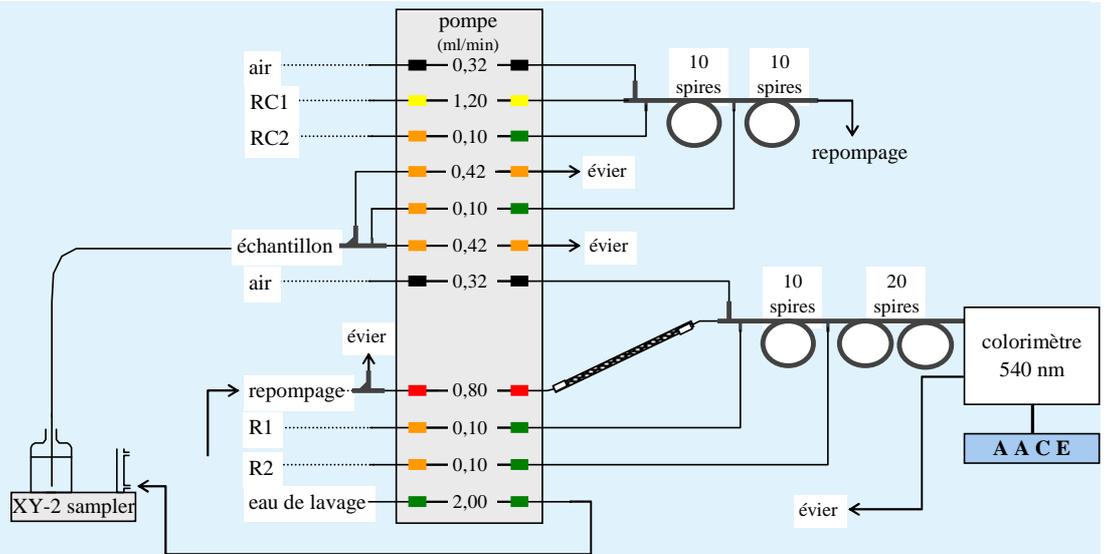
- Longueur d'onde de mesure : 540 nm.
- Trajet optique : 1 cm.
- Fréquence analytique conseillé : 25 mesures.h⁻¹

Conditions réactionnelles du dosage :

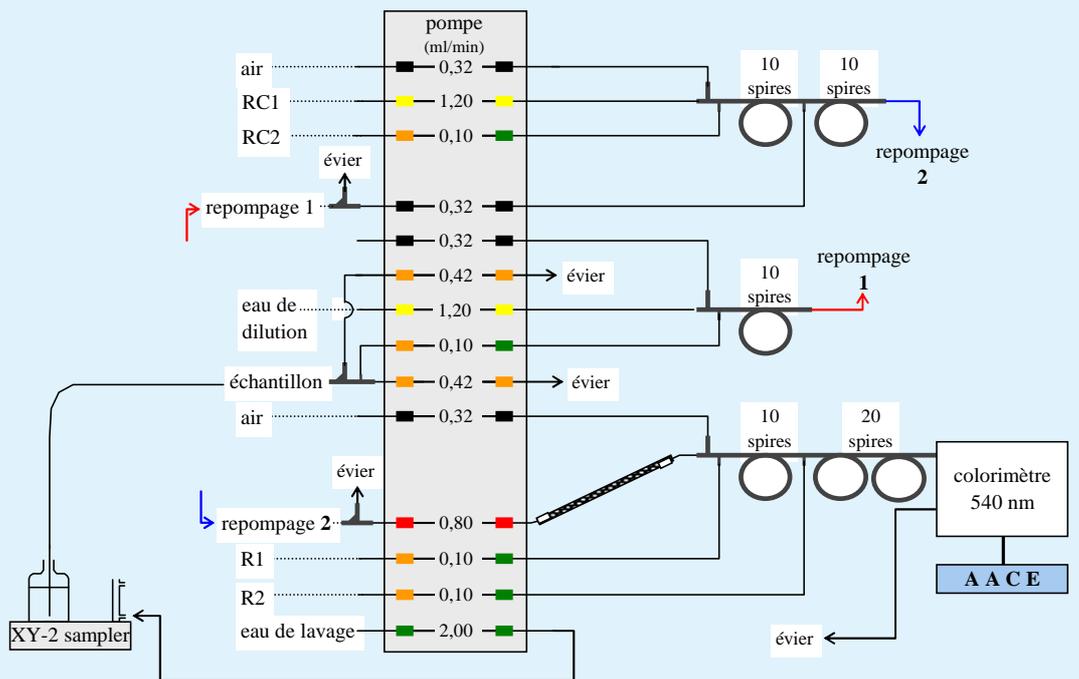
| Caractéristique | Conditions réactionnelles |
|--------------------|---------------------------|
| Sulfanilamide (R1) | 2,75 mmol/L |
| HCl | 57 mmol/L |
| Brij 35 | 38 µl/L |
| pH | 1,3 |
| Temps de réaction | 1,6 min |
| NED (R2) | 0,091 mmol/L |
| Temps de réaction | 2,4 min |



Manifold pour les mesures de NO₃+NO₂ du domaine faible



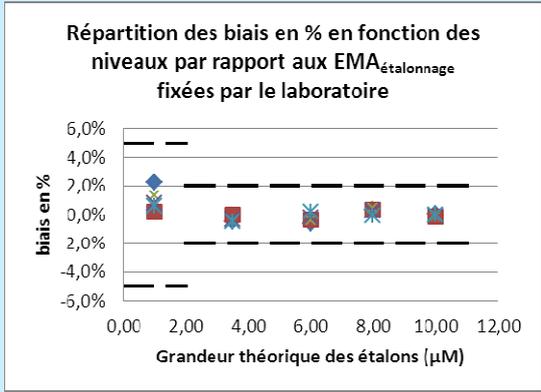
Manifold pour les mesures de NO_3+NO_2 du domaine intermédiaire



Manifold pour les mesures de NO_3+NO_2 du domaine fort

| | |
|--|--|
| Équipement¹ (modèles utilisés) : | Colorimètre AA3 HR 2 voies avec logiciel d'exploitation AACE (Seal@) Sampler XY2 (Seal@) Pompe AA3 (Seal@) |
| Type d'étalonnage | Interne à partir d' « eau de mer appauvrie » (eau de mer épuisée en nutriments après stockage de quelques mois au laboratoire dans un baril en polyéthylène à la lumière du jour) |
| Modèle utilisé | Linéaire |
| Étalons / Traceurs utilisés | Étalons de travail préparés par dilution dans de l'eau de mer appauvrie et validés par dilution d'étalons Certipur Merck (NIST) |
| Domaine de concentration | Domaine faible (« océanique ») : 0,2 ; 1,0 ; 3,5 ; 6,0 ; 8,0 ; 10,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ Domaine intermédiaire (« côtier ») : 10,0 ; 20,0 ; 30,0 ; 40,0 ; 50,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ Domaine fort (« estuarien ») : 50,0 ; 150,0 ; 275,0 ; 400,0 ; 500,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ |
| Méthode de calcul des résultats | Régression linéaire |

Paramètres de validation de la méthode

| | |
|--|---|
| Norme utilisée | NF T 90-210 : mai 2009 |
| Modèle utilisé | Linéaire |
| Domaine de validation | Domaine faible (« océanique ») : 0,2 à 10,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ Domaine intermédiaire (« côtier ») : 0,6 à 50,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ Domaine fort (« estuarien ») : 8,0 à 500,0 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ |
| Matériaux de référence certifiés utilisés | Dilution de Certipur Merck (NIST) |
| Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable) | < LQ |
| Limite de quantification (LQ) | La LQ a été vérifiée selon la norme NF T90-210. Son exactitude est vérifiée pour chaque domaine par rapport à un écart maximal acceptable (EMA) de 60% de la LQ selon les critères de la norme NF T90-210. Domaine faible (« océanique ») : 0,2 $\mu\text{mol.L}^{-1}$ avec un biais de - 7.0% |
| <p style="text-align: center;">Répartition des biais en % en fonction des niveaux par rapport aux EMA_{étalonnage} fixées par le laboratoire</p>  <p>Les LQ des domaines intermédiaire (« côtier ») et fort (« estuarien ») sont respectivement de 0,6 $\mu\text{mol/L}$ (biais de - 2.2 %) et de 8,0 $\mu\text{mol/L}$ (biais de 1.1 %). Dans la pratique, les échantillons de faible concentration sont analysés avec la gamme d'étalonnage du domaine faible.</p> | |

¹ Les matériels cités ici constituent des exemples d'application satisfaisante. Ces mentions ne constituent pas une recommandation exclusive, ni un engagement quelconque de la part du rédacteur ou d'AQUAREF

| Spécificité de la méthode | Interférent possible : salinité | | | | | | | | | | |
|---|---|------------------------------|--|-----|------|------|------|------|------|-------|------|
| Incertitudes (%) sur les résultats | Méthode d'évaluation : NF T 90-220, approche découlant du GUM Facteur d'élargissement : $k = 2$ | | | | | | | | | | |
| - par niveau de concentration | <table border="1"> <thead> <tr> <th>Niveau ($\mu\text{mol/L}$)</th> <th>Incertitude-type composée relative (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>3,5</td> <td>0,8%</td> </tr> <tr> <td>10,0</td> <td>0,3%</td> </tr> <tr> <td>50,0</td> <td>0,6%</td> </tr> <tr> <td>500,0</td> <td>0,3%</td> </tr> </tbody> </table> | Niveau ($\mu\text{mol/L}$) | Incertitude-type composée relative (%) | 3,5 | 0,8% | 10,0 | 0,3% | 50,0 | 0,6% | 500,0 | 0,3% |
| Niveau ($\mu\text{mol/L}$) | Incertitude-type composée relative (%) | | | | | | | | | | |
| 3,5 | 0,8% | | | | | | | | | | |
| 10,0 | 0,3% | | | | | | | | | | |
| 50,0 | 0,6% | | | | | | | | | | |
| 500,0 | 0,3% | | | | | | | | | | |

Contact

| | |
|---------------------|------------------------|
| Auteur | Anne Daniel |
| Institut | IFREMER |
| Adresse mail | anne.daniel@ifremer.fr |