

Détermination polarographique du nitrate dans les eaux, les extraits de sols et de plantes, les jus de légumes, la viande et la charcuterie, les engrais, le purin etc.

D'intérêt pour:

Laboratoires d'analyses générales; Eaux, eaux usées, protection de l'environnement; Denrées alimentaires, boissons; Biochimie, biologie; Engrais, matières de base, explosifs

B 1, 2, 7, 8, 11

Résumé

La détermination photométrique du nitrate est limitée, puisque les méthodes correspondantes (acide salicylique, brucine, 2,6-diméthylphénol, réactif de Nessler après réduction du nitrate à l'ammonium) sont soumises à des perturbations. Le dosage potentiométrique direct utilisant une électrode ionique spécifique au nitrate pose des problèmes en présence de concentrations importantes de chlorure ou de composés organiques avec groupes carboxyle.

D'autre part, la méthode polarographique est non seulement plus rapide, mais aussi pratiquement insensible aux perturbations chimiques, ce qui assure donc des résultats plus précis. La limite de détermination dépend de la matrice de l'échantillon et est de l'ordre de 1 mg/L.

Appareils et accessoires

- VA Trace Analyzer 746 avec Poste VA 747 ou
- VA Computrace 757

Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être aussi purs que possible (p.a. ou «suprapur»). Seule de l'eau ultrapure doit être utilisée.

- Acide sulfurique, $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\%$
- Phénol, puriss. p.a.
- 2-Nitrophénol, puriss. p.a., CAS 88-75-5
- Acétate de zinc $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$
- Hexacyanoferrate(II) de potassium $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$

Solutions prêtes à l'emploi

Solution d'acétate de zinc	$w[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 30\%$
Solution d'hexacyanoferrate(II) de potassium	$w[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6] = 15\%$
Solution d'addition	$\rho(2\text{-nitrophénol}) = 1 \text{ g/L}$ dans de l'eau

Préparation de l'échantillon

- Les eaux souterraines, les eaux potables et les eaux de surface ainsi que les solutions ou extraits d'engrais peuvent être analysés directement.
- Les échantillons contenant des substances organiques insolubles (p.ex. les jus de légumes, les eaux usées et les suspensions composées de plantes ou de denrées alimentaires) sont dilués avec de l'eau distillée si nécessaire et centrifugés afin d'obtenir une solution claire qui est alors utilisée pour l'analyse.
- Les produits à base de viande et de charcuterie sont préparés de la manière suivante:
Mixer pendant 5 min avec un mixeur haute fréquence une prise d'échantillon de 10 g réduite en petits morceaux dans 100 mL d'eau distillée, puis digérer pendant 1 h au bain-marie à 90 °C. Ajouter 2 mL de $w[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 30\%$, puis 2 mL de $w[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6] = 15\%$ et mélanger (précipitation de Carrez). Filtrer d'abord à travers un filtre papier et ensuite à travers un filtre microporeux (0,45 µm). La solution claire obtenue est alors utilisée pour l'analyse. (La détermination du nitrite dans cette solution est également possible, voir le Bulletin d'application No. 127.)

Analyse

Placer 1 mL de la solution d'échantillon, qui peut contenir 1 ... 200 mg/L N, dans le vase de polarographie et ajouter en agitant 1 mL de phénol liquide ainsi que 4 mL de $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\%$. Après refroidissement, ajouter avec précaution 4 mL d'eau distillée en agitant, puis laisser de nouveau refroidir à température ambiante.

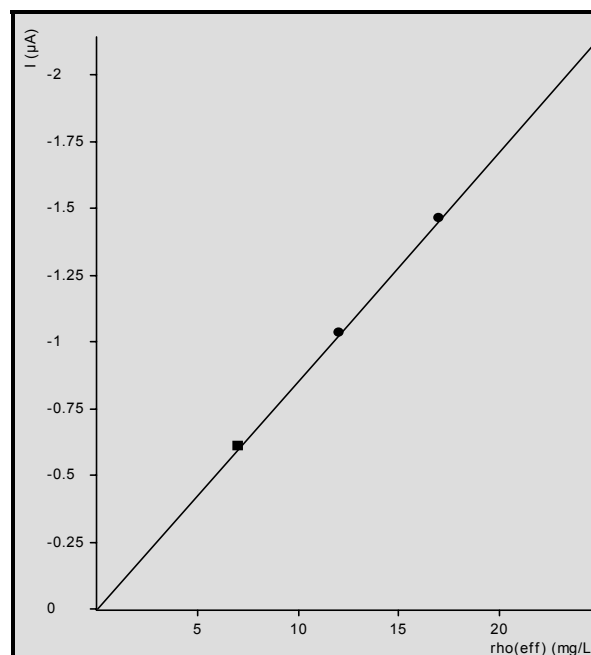
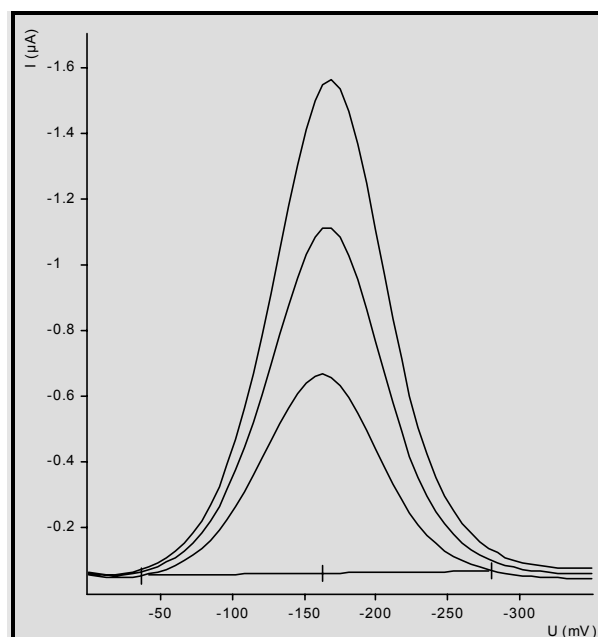
Le polarogramme est enregistré à la DME utilisant les paramètres suivants:

Working electrode	DME
Stirrer speed	2000 rpm
Mode	DP
Purge time	300 s
Equilibration time	5 s
Pulse amplitude	50 mV
Start potential	0 mV
End potential	-350 mV
Voltage step	6 mV
Pulse time	40 ms
Voltage step time	0.6 s
Sweep rate	10 mV/s

La détermination quantitative est effectuée par la méthode des additions standards de 2-nitrophénol ou avec un standard de nitrate qu'on soumet à la même procédure.

Exemple:

Détermination du nitrate dans l'eau potable



Volume d'échantillon: 1 mL

Résultat: 70,7 mg/L NO_3^-

Remarques

- La méthode ne fonctionne pas avec des solutions contenant des protéines. Ces dernières doivent être préalablement traitées selon le mode de précipitation décrit ci-dessus.
- Si le nitrite doit aussi être déterminé, celui-ci est transformé préalablement en nitrate par oxydation avec H_2O_2 , dans une seconde prise d'échantillon. Il est également possible de déterminer le nitrite directement selon le Bulletin d'application No. 127.
- La méthode a été appliquée avec succès aux eaux potables et minérales, à l'entrée et la sortie de stations d'épuration, aux jus de légumes (tomates, pommes de terre, betteraves, choucroute), à l'épinard, aux produits à base de viande et de charcuterie et au purin aéré.

Littérature

- M. Bartik, J. Kupka
Collect. Czechoslov. Chem. Commun. 25 (1960) 3356
Ref.: Fresenius Z. Anal. Chem. 183 (1961) 234.
- Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Verlag Chemie GmbH, Weinheim/Bergstrasse.

Appendice

Méthode pour la détermination du nitrate avec le VA Trace Analyzer 746

```

===== METROHM 746 VA TRACE ANALYZER (5.746.0101) =====
Method: AB070 .mth OPERATION SEQUENCE
Title : Determination of nitrate
-----

```

	Instructions	t/s	Main parameters	Auxiliary parameters
1	DOS/M		V.added 9.000 mL	
2	SMPL/M		V.fraction mL	V.total L
3	PURGE			
4	STIR	300.0	Rot.speed 2000 /min	
5	(ADD			
6	PURGE			
7	STIR	30.0	Rot.speed 2000 /min	
8	OPURGE			
9	OSTIR	5.0		
10	SEGMENT		Segm.name Nitrate	
11	ADD>M		Soln.name NO3std	V.add 0.050 mL
12	ADD)2			
13	END			

```

Method: AB070 SEGMENT
Nitrate
-----

```

	Instructions	t/s	Main parameters	Auxiliary parameters
1	DME			
2	DPMODE		U.ampl -50 mV	t.meas 20.0 ms
			t.step 0.60 s	t.pulse 40.0 ms
3	SWEEP	37.2	U.start 0 mV	U.step 6 mV
			U.end -350 mV	Sweep rate 10 mV/s
4	OMEAS		U.standby mV	
5	END			

```

Method: AB070 SUBSTANCES
NO3 - Nitrate
-----

```

Recognition		Display / Plot	
U.verify	-170 mV	I.scale	auto
U.tol (+/-)	50 mV	U.div	50.00 mV/cm
U.width min	10 mV	U.begin	mV
U.width max	200 mV	U.end	mV
I.threshold	250 pA		

Baseline		Evaluation	
Type	linear	Mode	VA
Scope	whole	Quantity	I.peak
dU.front	auto	Sign. digits	4
S.front	auto		
dU.rear	auto		
S.rear	auto		

Calibration		Coefficients	
Calibration	2000-08-22 13:54:48	Y.reg	-6.047e-07
Technique	std.add.	Slope	-8.55e-05
Curve type	linear	Nonlin.	
		Mean dev.	3.178e-09

Additions				
Soln.name	NO3std			
Mass conc.	1 g/L	g/L	g/L	g/L
Range min	g/L	g/L	g/L	g/L
Range max	g/L	g/L	g/L	g/L
M.conc./cm	g/L	g/L	g/L	g/L

```

Method: AB070 CALCULATION
max. 15 lines
-----

```

Quantity	Formula (R##, C##, A##)	Res.unit	Sig.dig.
NO3	R1000=MC:NO3	#g/L	5

Rapport complet («Full Report») du VA Trace Analyzer 746

```

===== METROHM 746 VA TRACE ANALYZER (5.746.0101) =====
Determin.      : 06081659          User:          Date: 1999-06-08
Modified      : 2000-02-04 02:46:25 Run : 0          Time: 16:59:32
Sample table:  -
  
```

```

-----
Pos.  Ident.1/S1  Ident.2/S2  Ident.3/S3  Method.call  Sample size/S0
      water                                     1.0 mL
  
```

```

-----
Method   : AB070
Title    : Determination of nitrate
Remark1  : 1 ml sample + 1 ml phenol + 4 ml H2SO4 + 4 ml water
Remark2  :
  
```

```

-----
Substance : NO3          Comments
Mass conc.: 70.73 mg/L   Mass      : 70.73 ug
MC.dev.   : 1.23 mg/L (1.74%) Add.mass  : 50 ug
Cal.dev.  : -           V0.sample: 1 mL
  
```

VR	U/mV	I/uA	I.mean	Std.dev.	I.delta	Comments
00	-163	-0.6060	-0.6060			
10	-167	-1.025	-1.025		-0.4185	
20	-168	-1.447	-1.447		-0.4221	

```

-----
Substance  Techn.      Y.reg/offset  Slope          Nonlin.        Mean deviat.
-----
NO3        std.add.      -6.047e-07   -8.550e-05    -----
  
```

```

C#  Workg.com.var  Remark
-----
  
```

```

-----
Final results          +/-  Res.dev.  %          Comments
-----
NO3 = 70.732 mg/L      1.23  1.74
  
```