

ARRETES, DECISIONS ET AVIS

MINISTERE DU COMMERCE

Arrêté du 17 Safar 1438 correspondant au 17 novembre 2016 rendant obligatoire la méthode de dosage des nitrites dans l'eau par la technique de spectrométrie d'absorption moléculaire.

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 15-125 du 25 Rajab 1436 correspondant au 14 mai 2015, modifié, portant nomination des membres du Gouvernement ;

Vu le décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, relatif au contrôle de la qualité et à la répression des fraudes, notamment son article 19 ;

Vu le décret exécutif n° 02-453 du 17 Chaoual 1423 correspondant au 21 décembre 2002 fixant les attributions du ministre du commerce ;

Vu le décret exécutif n° 05-465 du 4 Dhou El Kaâda 1426 correspondant au 6 décembre 2005 relatif à l'évaluation de la conformité ;

Vu le décret exécutif n° 11-125 du 17 Rabie Ethani 1432 correspondant au 22 mars 2011, modifié et complété, relatif à la qualité de l'eau de consommation humaine ;

Vu le décret exécutif n° 13-328 du 20 Dhou El Kaâda 1434 correspondant au 26 septembre 2013 fixant les conditions et les modalités d'agrément des laboratoires au titre de la protection du consommateur et de la répression des fraudes ;

Vu l'arrêté interministériel du 22 Dhou El Hidja 1426 correspondant au 22 janvier 2006, modifié et complété, fixant les proportions d'éléments contenus dans les eaux minérales naturelles et les eaux de source ainsi que les conditions de leur traitement ou les adjonctions autorisées ;

Arrête :

Article 1er. — En application des dispositions de l'article 19 du décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, susvisé, le présent arrêté a pour objet de rendre obligatoire la méthode de dosage des nitrites dans l'eau par la technique de spectrométrie d'absorption moléculaire.

Art. 2. — Pour le dosage des nitrites dans l'eau par la technique de spectrométrie d'absorption moléculaire, les laboratoires du contrôle de la qualité et de la répression des fraudes et les laboratoires agréés à cet effet, doivent employer la méthode jointe en annexe du présent arrêté.

Cette méthode doit être utilisée par le laboratoire lorsqu'une expertise est ordonnée.

Art. 3. — Le présent arrêté sera publié au *Journal officiel* de la République algérienne démocratique et populaire.

Fait à Alger, le 17 Safar 1438 correspondant au 17 novembre 2016.

Bekhti BELAIB.

ANNEXE

METHODE DE DOSAGE DES NITRITES DANS L'EAU PAR LA TECHNIQUE DE SPECTROMETRIE D'ABSORPTION MOLECULAIRE

1. OBJET :

La présente méthode spécifie une technique par spectrométrie d'absorption moléculaire pour le dosage des nitrites dans les eaux potables, les eaux minérales naturelles, les eaux de source, les eaux brutes et les eaux résiduaires.

2. DOMAINE D'APPLICATION :

2.1 Etendue du dosage :

La méthode est applicable pour déterminer les concentrations de nitrite jusqu'à $Q_N = 0,25$ mg/l, en utilisant le volume maximal (40 ml) de prise d'essai.

2.2 Limite de détection :

En utilisant des cuves de 40 mm d'épaisseur et une prise d'essai de 40 ml, la limite de détection se situe entre la gamme $0,001 \text{ mg/l} \leq Q_N \leq 0,002 \text{ mg/l}$.

2.3 Sensibilité :

En utilisant une prise d'essai de 40 ml et des cuves de 40 mm d'épaisseur, une concentration de $Q_N = 0,062$ mg/l donne une absorbance d'environ 0,66 unité.

En utilisant une prise d'essai de 40 ml et des cuves de 10 mm d'épaisseur, une concentration de $Q_N = 0,25$ mg/l donne une absorbance d'environ 0,67 unité.

2.4 Interférences :

Si l'échantillon présente une alcalinité élevée certaines interférences peuvent être observées (9).

Les différentes interférences possibles qui peuvent se produire avec les substances que l'on rencontre souvent dans les échantillons d'eau sont indiquées dans le tableau 4.

Parmi ces substances, seuls la chloramine, le chlore, le thiosulfate, le polyphosphate de sodium et le fer (III) interfèrent de façon significative.

3. PRINCIPE :**Le principe de cette méthode est basé sur :**

— la réaction des ions nitrites présents dans une prise d'essai, à pH 1,9, avec le réactif amino-4 benzène sulfonamide en présence d'acide orthophosphorique produit un sel diazoïque qui forme un complexe de coloration rose avec le dichlorhydrate de N-(naphtyl-1) diamino-1,2 éthane (ajouté avec le réactif amino-4 benzène sulfonamide).

— mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde de 540 nm.

4. REACTIFS :

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide orthophosphorique : solution à 15 mol/l ($Q = 1,70$ g/ml).

4.2 Acide orthophosphorique : solution à environ 1,5 mol/l.

Ajouter, à l'aide d'une pipette, 25 ml d'acide orthophosphorique (4.1) à 150 ± 25 ml d'eau. Homogénéiser et refroidir à la température ambiante. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun. Elle reste stable pendant, au moins, six (6) mois.

4.3 Réactif coloré :

Dissoudre $40 \pm 0,5$ g d'acido-4 benzène sulfonamide ou d'acido sulfanilique ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) dans un mélange composé de 100 ± 1 ml d'acide orthophosphorique (4.1) et de 500 ± 50 ml d'eau dans un bécher.

Dissoudre $2 \pm 0,02$ g de dichlorhydrate de N-(naphtyl-1) diamino-1,2 éthane ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2-2\text{HCl}$) dans la solution obtenue.

Transférer dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au volume avec de l'eau. Bien homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun. Elle reste stable pendant un (1) mois si elle est conservée entre 2 et 5°C.

NOTE : Ce réactif est dangereux. A ce titre, éviter tout contact avec la peau ou toute ingestion de ce réactif ou de ses ingrédients.

4.4 Nitrite : solution étalon, $Q_N = 100$ mg/l.

Dissoudre $0,4922 \pm 0,0002$ g de nitrite de sodium (séché à 105 °C durant, au moins, 2h) dans environ 750 ml d'eau. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon bouché en verre brun entre 2 et 5 °C. Elle reste stable pendant, au moins, un (1) mois, (10).

4.5 Nitrite : solution étalon, $Q_N = 1$ mg/l.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon de nitrite (4.4), les introduire dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Préparer cette solution avant chaque emploi et la jeter par la suite.

5. APPAREILLAGE :

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit :

Spectromètre : permettant des mesurages à une longueur d'onde de 540 nm, équipé de cuves de 10 mm et 40 mm d'épaisseur.

Toute la verrerie doit être soigneusement lavée avec une solution d'acide chlorhydrique (HCL) à, environ, 2 mol/l et rincée abondamment à l'eau.

6. ECHANTILLONNAGE :

Les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés dans des flacons en verre et doivent être analysés aussi vite que possible dans les 24 h qui suivent leur prélèvement. La température entre 2 et 5 °C peut assurer une bonne conservation de nombreux types d'échantillons. Une vérification est recommandée.

7. MODE OPERATOIRE :**7.1 Prise d'essai :**

Le volume maximal de la prise d'essai est de 40 ml. Cela convient pour la détermination de concentrations de nitrite jusqu'à $Q_N = 0,25$ mg/l.

Des prises d'essai plus petites peuvent être utilisées, au besoin, de manière à pouvoir déterminer des concentrations de nitrite beaucoup plus élevées.

Si l'échantillon pour laboratoire contient des matières en suspension, il doit être soumis à décantation ou filtré à travers un papier en fibre de verre avant le prélèvement de la prise d'essai.

7.2 Dosage :

Prélever, à l'aide d'une pipette, le volume choisi de prise d'essai, l'introduire dans une fiole jaugée de 50 ml et, si nécessaire, amener le volume à 40 ± 2 ml avec de l'eau.

NOTE 1 : Il est essentiel d'ajuster, toujours, le volume à 40 ± 2 ml pour assurer un pH adéquat pour la réaction (après ajout du réactif).

Ajouter, à l'aide d'une pipette, 1 ml du réactif coloré (4.3). Homogénéiser, immédiatement, en faisant tourbillonner et compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser et laisser reposer. Le pH, à ce stade, doit être de $1,9 \pm 0,1$, (9).

Au moins, 20 min après l'ajout du réactif, mesurer l'absorbance de la solution à la longueur d'onde correspondant à l'absorbance maximale (environ 540 nm) dans une cuve d'épaisseur appropriée en utilisant l'eau comme liquide de référence.

NOTE 2 : La longueur d'onde correspondant à l'absorbance maximale doit être vérifiée chaque fois que cette méthode est utilisée pour la première fois et doit être adoptée pour les dosages qui suivent.

7.3 Correction pour la couleur :

Si la coloration de la prise d'essai est telle qu'elle est susceptible d'interférer lors du mesurage de l'absorbance, traiter une deuxième prise d'essai comme décrit en (7.2), mais en remplaçant le réactif coloré (4.3) par 1 ml de la solution d'acide orthophosphorique (4.2).

7.4 Essai à blanc :

Effectuer un essai à blanc en procédant comme décrit en (7.2), en remplaçant la prise d'essai par 40 ± 2 ml d'eau.

7.5 Etablissement de la courbe d'étalonnage :

Dans une série de neuf fioles jaugées de 50 ml, introduire, à l'aide d'une burette, les volumes de la solution étalon de nitrite (4.5) indiqués dans le tableau 1.

Ajouter de l'eau au contenu de chaque fiole pour amener le volume à 40 ± 2 ml et procéder comme décrit en (7.2), troisième alinéa, en utilisant des cuves d'épaisseur spécifiée dans le tableau 1 ci-dessous.

Soustraire l'absorbance du terme zéro des absorbances obtenues pour les autres solutions d'étalonnage et tracer pour chaque épaisseur de cuve une courbe d'absorbance en fonction de la masse de nitrite, exprimée en azote. Les courbes doivent être linéaires et doivent passer par l'origine.

Tableau 1

Volume de la solution étalon de nitrite (4.5)	Masse correspondante de nitrite, exprimée en azote, m_N	Epaisseur de la cuve
ml	μg	mm
0	0	10 et 40 *
0,50	0,50	40
1	1	10 et 40
1,50	1,50	40
2	2	40
2,50	2,50	10 et 40
5	5	10
7,50	7,50	10
10	10	10

* Des cuves de 50 mm d'épaisseur peuvent également être utilisées.

8. EXPRESSION DES RESULTATS :

8.1 Méthode de calcul :

L'absorbance corrigée A_r de la solution d'essai est donnée par l'équation : $A_r = A_s - A_b$

ou, si on a procédé à une correction de la couleur, elle est donnée par l'équation : $A_r = A_s - A_b - A_c$

où :

A_s : est l'absorbance mesurée de la solution d'essai ;

A_b : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;

A_c : est l'absorbance de la solution préparée pour la correction de la couleur.

NOTE : Il est essentiel que les valeurs de A_s , A_b et A_c soient mesurées dans des cuves de même épaisseur pour un échantillon particulier.

A partir de l'absorbance corrigée A_r , déterminer au moyen de la courbe d'étalonnage (7.5), pour l'épaisseur de cuve appropriée, la masse correspondante de nitrite, exprimée en microgrammes d'azote.

La concentration de nitrite, exprimée en milligrammes d'azote par litre (mg/l), est donnée par la formule suivante :

$$\frac{m_n}{V}$$

Où :

m_N : est la masse de nitrite, exprimée en microgrammes d'azote, correspondant à l'absorbance corrigée, A_r

V : est le volume de la prise d'essai, en millilitres.

Le résultat peut être exprimé en tant que concentration en masse d'azote Q_N , ou de nitrite. $Q_{NO_2^-}$ en milligrammes par litre (mg/l) ; ou en tant que concentration en quantité de matière d'ion nitrite, $c(NO_2^-)$, en micromoles par litre ($\mu\text{mol/l}$). Les facteurs de conversion appropriés sont fixés dans le tableau 2.

TABLEAU 2

	Q_N	$Q_{NO_2^-}$	$c(NO_2^-)$
	mg/l	mg/l	$\mu\text{mol/l}$
$Q_N = 1$ (mg/l)	1	3,29	71,4
$Q_{NO_2^-} = 1$ (mg/l)	0,304	1	21,7
$c(NO_2^-) = 1$ $\mu\text{mol/l}$	0,014	0,046	1

Exemple :

Une concentration d'azote $Q_N = 1 \text{ mg/l}$ correspond à une concentration de nitrite $Q_{NO_2^-} = 3,29 \text{ mg/l}$.

8.2 Fidélité :

Les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité ont été déterminés comme indiqué dans le tableau 3.

Tableau 3

Echantillon	Concentration de nitrite Q_N	Volume de la prise d'essai	Epaisseur de la cuve	Ecart-type (mg/l)	
	mg/l			ml	mm
Solution étalon	0	40	40	0,0001 à 0,0003	—
Solution étalon	0,04	40	40	0,0002 à 0,0008	0,0002 à 0,0018
Solution étalon	0,40	40	10	0,0011 à 0,0054	0,003 à 0,009
Solution étalon	1,60	5	10	0,002 à 0,026	0,007 à 0,040
Eau usée traitée	1,01	5	10	0,002 à 0,020	0,004 à 0,021
Eau de mer	0,20	40	10	0,0003 à 0,0026	0,001 à 0,004
Eau de rivière	0,30	25	10	0,0008 à 0,0116	0,002 à 0,012

9. CAS PARTICULIERS :

Si l'alcalinité de l'échantillon est élevée et telle que le pH n'est pas de $1,9 \pm 0,1$ après traitement de la prise d'essai et sa dilution à 40 ml, il convient d'ajouter de la solution d'acide orthophosphorique (4.2) avant la dilution de manière à obtenir le pH spécifié. La méthode admet, cependant, une alcalinité en hydrogénocarbonate d'au moins 300 mg/l dans une prise d'essai de 40 ml sans qu'il y ait déviation par rapport au pH spécifié.

10. NOTES SUR LE MODE OPERATOIRE :

Les solutions étalons de nitrite peuvent être instables, la concentration de la solution étalon de nitrite (4.4) utilisée peut être vérifiée selon la méthode suivante :

Prélever, à l'aide d'une pipette, 50 ml d'une solution titrée de permanganate de potassium, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$, et les introduire dans une fiole conique de 250 ml.

Ajouter $10 \pm 1 \text{ ml}$ d'une solution d'acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5 \text{ mol/l}$, et homogénéiser soigneusement.

Remplir une burette de 50 ml avec la solution étalon de nitrite (4.4) et régler l'appareil de façon que l'extrémité de la burette plonge sous la surface de la solution d'acide de permanganate contenue dans la fiole. Titrer jusqu'à obtention de la décoloration. Lorsque le virage à l'incolore est sur le point d'être obtenu, chauffer la solution à environ $40 \text{ }^\circ\text{C}$ et poursuivre le titrage, lentement, jusqu'au moment où la décoloration du permanganate est juste obtenue. Noter le volume de la solution étalon de nitrite utilisée pour le titrage.

50 ml de la solution titrée de permanganate de potassium, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$, correspondent à 3,502 mg d'azote. Ainsi, pour la solution étalon de nitrite (4.4), le volume utilisé pour le titrage devrait être de 35,02 ml.

La solution étalon de nitrite convient uniquement si le volume utilisé pour le titrage est situé dans la gamme $35,02 \pm 0,40 \text{ ml}$.

TABLEAU 4
EFFET D'AUTRES SUBSTANCES SUR LE RESULTAT

Substance	Sel employé	Masse de substance* 0 µg	Effet ** sur le dosage de		
			m _N = 0 µg	m _N = 1 µg	m _N = 10 µg
Magnésium	Acétate	1000	0	0	- 0,07
Potassium	Chlorure	100	0	0	- 0,07
Potassium	Chlorure	1000	0	- 0,03	- 0,13
Sodium	Chlorure	100	0	0	- 0,02
Sodium	Chlorure	1000	0	- 0,01	- 0,13
Hydrogénocarbonate	Sodium	6100 (HCO ⁻³)	0	+ 0,03	+ 0,01
Hydrogénocarbonate	Sodium	12200(HCO ⁻³)	0	+ 0,03	+ 0,06
Nitrate	Potassium	1000 (N)	0	0	- 0,06
Ammonium	Chlorure	100 (N)	0	- 0,01	- 0,03
Cadmium	Chlorure	100	0	- 0,03	- 0,03
Zinc	Acétate	100	0	- 0,04	0
Manganèse	Chlorure	100	0	+ 0,04	- 0,03
Fer (III)	Chlorure	10	0	+ 0,04	- 0,03
Fer (III)	Chlorure	100	0	- 0,06	- 0,51
Cuivre	Acétate	100	- 0,06	- 0,06	- 0,07
Aluminium	Sulfate	100	0	0	- 0,03
Silicate	Sodium	100 (SiO ₂)	0	0	--
Urée	--	100	0	+ 0,04	- 0,09
Thiosulfate	Sodium	100 (S ₂ O ₃ ²⁻)	0	- 0,03	- 0,82
Thiosulfate	Sodium	1000 (S ₂ O ₃ ²⁻)	0	0	- 0,77
Chlore	--	2 (Cl ₂)	0	- 0,22	- 0,25
Chlore	--	20 (Cl ₂)	- 0,01	- 1,01	- 2,81
Chloramine	--	2 (Cl ₂)	--	- 0,06	- 0,07
Chloramine	--	20 (Cl ₂)	- 0,01	- 0,30	- 2,78
Chlorure d'hydroxylammonium		100	0	0	- 0,01
Hexamétaphosphate de sodium		50	0	- 0,03	- 0,82
Hexamétaphosphate de sodium		500	0	- 0,80	- 8,10

* Masse de substance présente dans la prise d'essai. La masse est exprimée en masse d'élément ou de composé, sauf indication contraire mise entre parenthèses.

** Les effets maximaux ne produisant aucune interférence sont les suivants : 0 ± 0,02 µg ; 1 ± 0,08 µg ; 10 ± 0,14 µg (au niveau de confiance 95%).