
Norme internationale



5815

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Qualité de l'eau — Détermination de la demande biochimique en oxygène après n jours (DBO_n) — Méthode par dilution et ensemencement

Water quality — Determination of biochemical oxygen demand after n days (BOD_n) — Dilution and seeding method

Première édition — 1983-10-01

CDU 543.3 : 577.121.7

Réf. n° : ISO 5815-1983 (F)

Descripteurs : eau, qualité, détermination, oxygène, dilution, résultat d'essai.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5815 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Nouvelle-Zélande
Allemagne, R.F.	France	Pays-Bas
Australie	Hongrie	Pologne
Autriche	Inde	Roumanie
Belgique	Iran	Royaume-Uni
Canada	Iraq	Suède
Chine	Irlande	Suisse
Corée, Rép. dém. p. de	Italie	Tchécoslovaquie
Danemark	Japon	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	USA
Espagne	Norvège	

Aucun comité membre l'a désapprouvée.

Qualité de l'eau — Détermination de la demande biochimique en oxygène après n jours (DBO_n) — Méthode par dilution et ensemencement

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination empirique et conventionnelle de la demande biochimique en oxygène des eaux par dilution et ensemencement.

La méthode est applicable à toutes les eaux dont la demande biochimique en oxygène est supérieure ou égale à 3 mg d'oxygène par litre et ne dépasse pas 6 000 mg d'oxygène par litre. Pour des demandes biochimiques en oxygène supérieures à 6 000 mg d'oxygène par litre, la méthode est encore applicable, mais les erreurs entraînées par les dilutions nécessaires conduisent à interpréter les résultats avec circonspection.

Les résultats obtenus sont la résultante d'un ensemble d'actions biochimiques et chimiques. Ils n'ont pas le caractère rigoureux et sans ambiguïté de ceux qui découlent, par exemple, de la mise en œuvre d'un processus chimique unique et bien déterminé. Ils fournissent néanmoins une indication permettant d'évaluer la qualité d'une eau.

Les résultats peuvent être influencés par la présence de substances diverses. Les substances toxiques vis à vis des micro-organismes, par exemple des bactéricides, des métaux toxiques ou du chlore libre, peuvent inhiber l'oxydation biochimique. La présence d'algues ou de micro-organismes nitrifiés peut conduire à des résultats élevés.

2 Références

ISO 5813, *Qualité de l'eau — Dosage de l'oxygène dissous — Méthode iodométrique.*

ISO 5814, *Qualité de l'eau — Dosage de l'oxygène dissous — Méthode électrochimique à la sonde.*¹⁾

ISO 6107/2, *Qualité de l'eau — Vocabulaire — Partie 2.*

3 Définition

demande biochimique en oxygène (DBO): Concentration en masse de l'oxygène dissous consommée dans des conditions définies par l'oxydation biologique des matières organiques et/ou inorganiques contenues dans l'eau. (Définition de l'ISO 6107/2.)

Dans le cadre de la présente Norme internationale, «oxydation biologique» signifie «oxydation biochimique».

4 Principe

Neutralisation d'un échantillon d'eau à analyser et dilution avec des quantités variables d'une solution de dilution riche en oxygène dissous et en micro-organismes aérobies, avec ou sans suppression de la nitrification, selon ce qu'on désire.

Mise en incubation à une température contrôlée durant une période déterminée (n jours) à l'obscurité, dans un flacon complètement rempli et bouché. Détermination de la concentration en oxygène dissous avant et après incubation. Calcul de la masse d'oxygène consommée par litre d'eau.

Exécution simultanée d'un essai de contrôle sur une solution étalon de glucose et d'acide glutamique.

5 Réactifs

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 (eau distillée dans un appareillage entièrement en verre, ou eau déminéralisée).

L'eau ne doit pas contenir plus de 0,01 mg de cuivre par litre et doit être exempte de chlore, de chloramines, d'alcalinité caustique, de matières organiques et d'acides.

5.1 Eau d'ensemencement.

Si l'échantillon pour essai ne contient pas, par lui-même, de micro-organismes adaptés en quantité suffisante, utiliser une eau d'ensemencement obtenue de l'une des manières suivantes:

- Eau résiduaire urbaine, prélevée sur un grand collecteur ou sur un collecteur correspondant à une zone résidentielle sans contamination industrielle notable. Décanter cette eau avant l'emploi.
- Ajouter 100 g de terre de jardin à 1 litre d'eau. Mélanger et laisser reposer durant 10 min. Prélever 10 ml du liquide surnageant et diluer à 1 litre avec de l'eau.
- Eau de rivière ou de lac contenant des effluents urbains.
- Effluent d'une installation de clarification.

1) Actuellement au stade de projet.

e) Eau prélevée en aval du rejet de l'eau à analyser ou eau contenant une souche de micro-organismes adaptés à l'eau à analyser et cultivés au laboratoire (cas des effluents industriels contenant des substances difficilement dégradables).

5.2 Solutions salines.

Les solutions suivantes sont stables pendant au moins un mois et doivent être conservées dans des flacons en verre à l'obscurité. Rejeter les solutions si l'on observe une précipitation ou une croissance biologique.

5.2.1 Phosphates, solution tampon.

Dissoudre, dans environ 500 ml d'eau, 8,5 g de dihydrogénéphosphate de potassium (KH_2PO_4), 21,75 g d'hydrogénéphosphate dipotassique (K_2HPO_4), 33,4 g d'hydrogénéphosphate disodique heptahydraté ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) et 1,7 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl). Diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

Le pH de cette solution tampon doit être de 7,2 sans ajustement ultérieur.

5.2.2 Sulfate de magnésium heptahydraté, solution à 22,5 g/l.

Dissoudre 22,5 g de sulfate de magnésium heptahydraté ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau. Diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

5.2.3 Chlorure de calcium, solution à 27,5 g/l.

Dissoudre 27,5 g de chlorure de calcium anhydre (CaCl_2) (ou équivalent, si l'on utilise du chlorure de calcium hydraté) dans de l'eau. Diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

5.2.4 Chlorure de fer(III) hexahydraté, solution à 0,25 g/l.

Dissoudre 0,25 g de chlorure de fer(III) hexahydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau. Diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

5.3 Solution de dilution.

Ajouter, à environ 500 ml d'eau, 1 ml de chacune des solutions salines (5.2.1, 5.2.2, 5.2.3 et 5.2.4). Diluer à 1 000 ml et homogénéiser. Amener et maintenir la solution ainsi obtenue à environ 20 °C et l'aérer durant 1 h jusqu'à ce que la concentration en oxygène dissous soit d'au moins 8 mg/l, en prenant toutes précautions utiles pour ne pas la contaminer notamment par addition de matières organiques, de matières oxydantes ou réductrices, ou de métaux¹⁾.

L'épuisement d'oxygène de la solution ne doit pas excéder 0,2 mg/l pendant 5 jours.

Utiliser cette solution dans les 8 h qui suivent sa préparation.

5.4 Eau de dilutionensemencée.

Ajouter, selon son origine et si nécessaire, 1,0 à 50 ml d'eau d'ensemencement (5.1) par litre de solution de dilution (5.3). Maintenir l'eau de dilution ainsi obtenue à environ 20 °C et l'utiliser au plus tôt après les 8 h qui suivent sa préparation.

L'épuisement d'oxygène (5 jours, 20 °C) de l'eau de dilutionensemencée doit être compris entre 0,3 et 1 mg d'oxygène par litre.

5.5 Acide chlorhydrique (HCl), solution, par exemple, à 0,5 mol/l.

5.6 Hydroxyde de sodium (NaOH), solution, par exemple, à 20 g/l.

5.7 Sulfite de sodium (Na_2SO_3), solution, par exemple, à 63 g/l, fraîchement préparée avant utilisation.

5.8 Glucose et acide glutamique, solution étalon.

Sécher du glucose déshydraté ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$) et de l'acide glutamique ($\text{HOOC-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CHNH}_2\text{-COOH}$) à 103 °C durant 1 h. Peser 150 ± 1 mg de chaque produit, les dissoudre dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

Préparer cette solution juste avant de l'utiliser.

6 Appareillage

La verrerie utilisée doit être rigoureusement propre, exempte de matières toxiques ou biodégradables adsorbées, et doit être conservée à l'abri des contaminations.

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Flacons d'incubation, à goulot étroit et de préférence à épaulement droit, de 130 à 350 ml de capacité, munis de bouchons rodés en verre.

Des flacons de 250 ml sont préférables.

6.2 Enceinte, réglable à 20 ± 1 °C.

6.3 Matériel nécessaire pour la détermination de la concentration de l'oxygène dissous.²⁾

6.4 Enceinte réfrigérée (0 à 4 °C), pour le transport et la conservation de l'échantillon.

6.5 Flacon de dilution, ballon jaugé et bouché, en verre, étalonné à 1 ml près, dont la capacité est fonction du volume de l'échantillon dilué.

1) Il est recommandé d'utiliser, soit une bouteille d'air comprimé, soit un compresseur dans lequel l'air qui le traverse n'est en contact avec aucun fluide de graissage (compresseur faisant appel à des pompes à membranes). Filtrer et laver l'air avant l'emploi.

2) Le dosage de l'oxygène dissous peut être effectué selon la méthode iodométrique (voir ISO 5813) ou selon la méthode électrochimique à la sonde (voir ISO 5814).

Tableau — Dilutions recommandées pour la détermination de la $(\text{DBO})_n$

DBO_n , mg/l	Facteur de dilution	Résultat arrondi au plus proche	Généralement applicable à*
3 à 6	entre 1 et 2	0,5	R
4 à 12	2	0,5	R, E
10 à 30	5	0,5	R, E
20 à 60	10	1	E
40 à 120	20	2	S
100 à 300	50	5	S, C
200 à 600	100	10	S, C
400 à 1 200	200	20	I, C
1 000 à 3 000	500	50	I
2 000 à 6 000	1 000	100	I

* R : eau de rivière ;
 E : eau d'égout épurée biologiquement ;
 S : eau d'égout clarifiée ou effluent industriel faiblement chargé ;
 C : eau d'égout brute ;
 I : effluent industriel fortement chargé.

7 Conservation de l'échantillon

Conserver l'échantillon jusqu'au moment de l'analyse dans un flacon rempli, bouché hermétiquement, à une température comprise entre 0 et 4 °C. Commencer le plus rapidement possible la détermination de la DBO et, autant que faire se peut, dans les 24 h qui suivent le prélèvement.

Les échantillons peuvent être également conservés par congélation.

8 Mode opératoire

8.1 Traitements préliminaires

8.1.1 Neutralisation de l'échantillon

Si le pH de l'échantillon n'est pas compris entre 6 et 8, le neutraliser après avoir déterminé, dans un essai séparé, le volume de solution d'acide chlorhydrique (5.5) ou de solution d'hydroxyde de sodium (5.6) nécessaire. Ne pas se soucier de la formation d'un précipité éventuel.

8.1.2 Présence de chlore libre et/ou combiné

Neutraliser le chlore libre et/ou combiné dans l'échantillon par addition du volume nécessaire de solution de sulfite de sodium (5.7). Prendre soin d'éviter l'ajout d'un excès.

Une méthode de détermination du chlore libre et/ou du chlore combiné fera l'objet d'une future Norme internationale.

8.2 Préparation des solutions d'essai

Amener l'échantillon pour essai à une température d'environ 20 °C et l'agiter dans un récipient à moitié rempli, afin d'éliminer la sursaturation éventuelle en oxygène.

Introduire, dans le flacon de dilution (6.5), un volume connu d'échantillon, le diluer ou bien avec l'eau de dilution (5.3) ou bien avec l'eau de dilutionensemencée (5.4), et mélanger doucement en prenant soin d'éviter l'emprisonnement de bulles d'air.

Si le facteur de dilution à appliquer est supérieur à 100, effectuer la dilution en deux ou plusieurs étapes. S'il est nécessaire de supprimer la nitrification, ajouter le réactif ATU ou TCMP¹⁾.

NOTES

1 Choisir une dilution telle qu'après le temps d'incubation, la concentration en oxygène dissous résiduaire se situe entre un tiers et deux tiers de la concentration initiale.

Devant la difficulté de choisir avec exactitude le taux de dilution convenable, il est nécessaire de procéder à plusieurs dilutions variant en progression géométrique et qui encadrent la dilution correspondant à la DBO_n probable (voir le tableau).

Les déterminations de la teneur totale en carbone organique (COT) et de la demande chimique en oxygène (DCO) au dichromate peuvent donner des indications utiles à ce sujet.

2 Prendre soin de prélever des échantillons représentatifs.

8.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en même temps que la détermination, en utilisant l'eau de dilutionensemencée (5.4).

8.4 Détermination

En utilisant chaque dilution (voir 8.2), remplir par siphonnage deux flacons d'incubation (6.1) en les faisant déborder légèrement.

1) Si l'on désire déterminer la consommation en oxygène due à la décomposition des matières organiques, il est nécessaire d'empêcher le processus de nitrification en inhibant les micro-organismes responsables ; dans ce but, ajouter, par litre d'échantillon dilué, 2 ml d'une solution d'allylthiourée (ATU) ($\text{C}_4\text{H}_9\text{N}_2\text{S}$) à 500 mg/l ou une quantité de chloro-2 trichlorométhyl-6-pyridine (TCMP) ($\text{Cl}-\text{C}_5\text{H}_3\text{N}-\text{CCl}_3$) fixée sur du chlorure de sodium (NaCl) telle que la concentration de TCMP dans l'échantillon dilué soit d'environ 0,5 mg/l.

Laisser s'échapper les bulles d'air adhérant aux parois des flacons. Boucher les flacons, en prenant soin d'éviter l'emprisonnement de bulles d'air.

Grouper les flacons en deux séries comportant chacune un flacon pour chaque dilution et un flacon pour la solution d'essai à blanc (voir 8.3).

Placer une série de flacons dans l'enceinte (6.2) et laisser à l'obscurité durant le nombre de jours requis.

Déterminer la concentration de l'oxygène dissous au temps zéro dans chacune des dilutions et dans la solution d'essai à blanc de l'autre série de flacons, en utilisant la méthode spécifiée dans l'ISO 5813 ou dans l'ISO 5814.

Après le temps d'incubation requis (n)¹⁾, déterminer la concentration de l'oxygène dissous dans chacune des dilutions et dans la solution d'essai à blanc de la série de flacons placée dans l'incubateur, en utilisant la méthode spécifiée dans l'ISO 5813 ou dans l'ISO 5814.

8.5 Essai de contrôle

Pour vérifier l'eau de dilutionensemencée, l'eau d'ensemencement et la technique de l'analyste, effectuer un essai de contrôle en diluant 20 ml de la solution étalon de glucose et d'acide glutamique (5.8) à 1 000 ml avec de l'eau de dilutionensemencée (5.4) et en procédant comme décrit en 8.4.

La DBO₅ ou la DBO₇ obtenue doit être comprise entre 180 et 230 mg/l. Dans le cas contraire, vérifier l'eau d'ensemencement et, si nécessaire, la technique de l'analyste.

Procéder à l'essai de contrôle simultanément au dosage.

9 Expression des résultats

9.1 Déterminer, parmi les solutions soumises à essai, celle pour laquelle la condition suivante est satisfaite :

$$\frac{C_1}{3} < (C_1 - C_2) < \frac{2C_1}{3}$$

où

C_1 est la concentration de l'oxygène dissous, exprimée en milligrammes par litre, dans l'une des solutions d'essai, au temps zéro ;

C_2 est la concentration de l'oxygène dissous, exprimée en milligrammes par litre, dans cette même solution, après n jours.

9.2 La demande biochimique en oxygène après n jours (DBO _{n}), exprimée en milligrammes d'oxygène par litre, est donnée par la formule

$$DBO_n = \left[(C_1 - C_2) - \frac{V_t - V_e}{V_t} (C_3 - C_4) \right] \frac{V_t}{V_e}$$

où

C_3 est la concentration de l'oxygène dissous, exprimée en milligrammes par litre, dans la solution de l'essai à blanc, au temps zéro ;

C_4 est la concentration de l'oxygène dissous, exprimée en milligrammes par litre, dans la solution de l'essai à blanc, après n jours ;

V_e est le volume d'échantillon, en millilitres, utilisé pour la préparation de la solution d'essai concernée ;

V_t est le volume total, en millilitres, de cette solution d'essai.

Si plusieurs dilutions tombent dans l'intervalle requis, calculer la moyenne des résultats obtenus pour ces dilutions.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence de la présente Norme internationale ;
- b) la date et l'heure de prélèvement de l'échantillon ;
- c) le mode de conservation de l'échantillon ;
- d) la date et l'heure de début de la détermination ;
- e) le type d'eau d'ensemencement utilisé ;
- f) l'indication de la suppression de la nitrification, éventuellement ;
- g) le nombre de jours d'incubation (n) ;
- h) les résultats, ainsi que le mode d'expression utilisé ;
- j) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai ;
- k) toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou facultatives.

1) n est le temps d'incubation exprimé en jours ; il est généralement de 5 ou de 7.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5815:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/67a8918a-3c99-44a0-bc20-ebed2744c1fc/iso-5815-1983>