

# NORME INTERNATIONALE

**ISO**  
**6060**

Deuxième édition  
1989-10-15

---

---

## Qualité de l'eau — Détermination de la demande chimique en oxygène

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Water quality — Determination of the chemical oxygen demand*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6060:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86610dd2-6ecf-41c4-841d-689a3cdf5370/iso-6060-1989>



Numéro de référence  
ISO 6060:1989(F)

## 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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6060 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6060:1986). Au point de vue technique, cette deuxième édition est équivalente à la première édition, mais la concentration admissible en chlorure de la prise d'essai est maintenant limitée à 1 000 mg/l (elle était de 2 000 mg/l dans la première édition).

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

## Introduction

La demande chimique en oxygène, DCO, d'une eau, telle que déterminée par la méthode au dichromate, peut être considérée comme une mesure approximative de la demande théorique en oxygène, qui est la quantité d'oxygène consommée par l'oxydation chimique totale des constituants organiques en produits minéraux (voir également article 10). Le niveau auquel les résultats expérimentaux approchent la valeur théorique dépend en premier lieu de l'importance de l'oxydation. Un grand nombre de composés organiques sont oxydés dans une mesure comprise entre 90 % et 100 % et, dans le cas d'eaux pour lesquelles ces composés sont en majorité, telles que les effluents urbains, la valeur de la DCO constitue une assez bonne approximation de la demande théorique en oxygène. Dans le cas d'eaux qui contiennent de grandes quantités de substances difficilement oxydables dans les conditions de l'essai (voir article 10), la valeur de la DCO constitue une mauvaise approximation de la demande théorique en oxygène. Ce peut être le cas pour certains effluents industriels.

La signification de la valeur de la DCO dépend donc de la composition de l'eau étudiée. Ceci doit être présent à l'esprit lors de l'interprétation des résultats obtenus selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6060:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86610dd2-6ecf-41c4-841d-689a3cdf5370/iso-6060-1989>

# Qualité de l'eau — Détermination de la demande chimique en oxygène

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la demande chimique en oxygène, DCO.

La méthode est applicable aux échantillons dont la DCO est comprise entre 30 mg/l et 700 mg/l. La concentration en chlorure ne doit pas dépasser 1 000 mg/l. Un échantillon d'eau qui est conforme à ces conditions est utilisé directement pour l'analyse.

Si la valeur de la DCO dépasse 700 mg/l, l'échantillon d'eau est dilué. Pour avoir un résultat très exact, il est préférable que la valeur de la DCO soit comprise entre 300 mg/l et 600 mg/l.

Dans des conditions réactionnelles données, des composés organiques sont oxydés dans une large mesure, à l'exclusion des composés renfermant certains éléments structuraux (par exemple, noyau pyridine, composés d'azote quaternaire). Des substances hydrophobes volatiles peuvent s'évaporer, échappant ainsi à l'oxydation. Des composés inorganiques qui sont oxydés dans des conditions déterminées sont, par exemple,

- des ions bromure, des ions iodure;
- certains composés sulfurés;
- des ions nitrite; et
- certains composés métalliques.

D'autre part, certains composés peuvent réagir comme agents oxydants dans les conditions de la réaction. Il y a lieu d'en tenir compte suivant l'usage des résultats d'essai.

Pour les interférences, en particulier des chlorures, voir article 10.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 5790:1979, *Produits chimiques inorganiques à usage industriel — Méthode générale de dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique.*

## 3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

**demande chimique en oxygène (DCO):** Concentration en masse d'oxygène équivalente à la quantité de dichromate consommée par les matières dissoutes et en suspension lorsqu'on traite un échantillon d'eau avec cet oxydant dans des conditions définies.

## 4 Principe

Ébullition à reflux, en présence de sulfate de mercure(II), d'une prise d'essai en présence d'une quantité connue de dichromate de potassium et d'un catalyseur à l'argent au milieu fortement acidifié par l'acide sulfurique, pendant une période de temps donnée durant laquelle une partie du dichromate est réduite par les matières oxydables présentes. Titrage de l'excès de dichromate avec une solution

titrée de sulfate de fer(II) et d'ammonium. Calcul de la DCO à partir de la quantité de dichromate réduite.

1 mole de dichromate ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) est équivalente à 1,5 mole d'oxygène ( $\text{O}_2$ ).

Si la prise d'essai contient plus de 1000 mg/l de chlorures, un mode opératoire modifié doit être appliqué.<sup>1)</sup>

## 5 Réactifs et produits

**AVERTISSEMENT** — La méthode implique la manipulation et l'ébullition de solutions fortes d'acide sulfurique et de dichromate. Des vêtements de protection, des gants et une protection de la face sont nécessaires. Dans le cas d'éclaboussures, un lavage abondant immédiat avec de l'eau claire constitue le remède le plus simple et le plus efficace.

L'ajout d'acide sulfurique concentré à l'eau doit toujours être effectué avec précaution et en agitant doucement le contenu des flacons.

Des précautions sont nécessaires pour la préparation et la manipulation de solutions contenant du sulfate d'argent et du sulfate de mercure(II) car ils sont toxiques.

Les réactifs utilisés contiennent des sels de mercure, d'argent et de chrome. Les réactifs utilisés doivent être manipulés ou traités avant leur rejet, conformément aux réglementations nationales ou locales. (Voir également ISO 5790, annexe B.)

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.

NOTE 1 La qualité de l'eau est d'une grande importance pour la fidélité des résultats. Contrôler la qualité de l'eau en effectuant des essais à blanc (décrits en 8.2) et des essais parallèles identiques sans aucune ébullition et, par ailleurs, exactement comme spécifié. Relever la consommation en solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (5.4) dans les deux cas. Une différence de plus de 0,5 ml indique une médiocre qualité de l'eau. Pour la détermination de valeurs de la DCO inférieures à 100 mg/l, la différence ne doit pas dépasser 0,2 ml. La qualité de l'eau distillée peut souvent être améliorée en la redistillant à partir d'une solution acidifiée de dichromate de potassium ou de permanganate de potassium, en utilisant un appareillage de distillation entièrement en verre.

### 5.1 Acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 4 \text{ mol/l}$ .

Ajouter à environ 500 ml d'eau, par portions et avec précaution, 220 ml d'acide sulfurique ( $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ ). Laisser refroidir et diluer à 1000 ml.

### 5.2 Acide sulfurique - sulfate d'argent.

Ajouter 10 g de sulfate d'argent ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ) à 35 ml d'eau. Ajouter par portions, 965 ml d'acide sulfurique ( $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ ). Laisser reposer 1 ou 2 jours pour dissolution. La dissolution est favorisée par agitation.

5.3 Dichromate de potassium, solution étalon de référence,  $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,040 \text{ mol/l}$ , contenant un sel de mercure(II).

Dissoudre 80 g de sulfate de mercure ( $\text{HgSO}_4$ ) dans 800 ml d'eau. Ajouter avec précaution, 100 ml d'acide sulfurique ( $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ ). Laisser refroidir et dissoudre 11,768 g de dichromate de potassium, préalablement séché à  $105^\circ\text{C}$  pendant 2 h, dans la solution. Transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée et diluer à 1000 ml.

La solution est stable pendant au moins 1 mois.

NOTE 2 Si demandé, la solution de dichromate peut être préparée sans sel de mercure. Dans ce cas, ajouter 0,4 g de sulfate de mercure(II) à la prise d'essai avant l'addition de la solution de dichromate (5.3) en 8.1 et agiter soigneusement.

5.4 Sulfate de fer(II) et d'ammonium, solution titrée,  $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0,12 \text{ mol/l}$ .

Dissoudre 47,0 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium hexahydraté dans de l'eau. Ajouter 20 ml d'acide sulfurique ( $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ ), refroidir et diluer avec de l'eau à 1000 ml.

Cette solution doit être étalonnée chaque jour de la manière suivante:

Diluer 10,0 ml de la solution étalon de référence de dichromate de potassium (5.3) à environ 100 ml avec de l'acide sulfurique (5.1). Titrer avec la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium, en présence de 2 à 3 gouttes de la solution d'indicateur ferroïne (5.6).

La concentration en quantité de matière,  $c$ , exprimée en moles par litre de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium est donnée par la formule

$$\frac{10,0 \times 0,040 \times 6}{V} = \frac{2,4}{V}$$

où  $V$  est le volume, en millilitres, de solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium consommé.

1) Des modes opératoires modifiés pour des échantillons d'une concentration en chlorures supérieure à 1000 mg/l sont étudiés par l'ISO/TC 147/SC 2. Un mode opératoire pour de faibles valeurs de la DCO, inférieures à 30 mg/l, est également à l'étude.

**5.5 Hydrogénophthalate de potassium**, solution étalon de référence,  $c(\text{KC}_8\text{H}_5\text{O}_4) = 2,0824 \text{ mmol/l}$ .

Dissoudre 0,4251 g d'hydrogénophthalate de potassium, préalablement séché à 105 °C, dans de l'eau et diluer à 1000 ml avec de l'eau.

La solution a une valeur théorique de DCO de 500 mg/l.

La solution reste stable au moins 1 semaine si elle est conservée approximativement à 4 °C.

**5.6 Ferroïne**, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,7 g de sulfate de fer(II) ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) ou 1 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium hexahydraté,  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dans de l'eau. Ajouter 1,50 g de phénanthroline-1,10 monohydratée  $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  et agiter jusqu'à dissolution. Diluer à 100 ml.

Cette solution reste stable pendant quelques mois si elle est conservée à l'obscurité. La solution est disponible dans le commerce.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Appareil à reflux**, constitué d'une fiole ou d'un tube avec col de verre fritté connecté à un réfrigérant de façon à éviter toute perte importante de matériau volatil.

Le réfrigérant peut être refroidi avec de l'eau froide ou un courant d'air froid.

Nettoyer l'appareil par ébullition à reflux en faisant un essai à blanc comme décrit en 8.2. Nettoyer l'appareil utilisé pour la détermination de la DCO en rinçant avec de l'eau distillée après chaque titrage. Ne pas utiliser de détergents.

**6.2 Manchon chauffant, plaque chauffante ou tout autre équipement chauffant** qui permet de porter l'échantillon à ébullition en moins de 10 min. S'assurer que le dispositif fonctionne sans provoquer de surchauffe locale aux solutions qui sont chauffées.

**6.3 Burette de précision**, de 10 ml de capacité, graduée en 0,02 ml, et conforme aux spécifications de l'ISO 385-1.

**6.4 Régulateurs d'ébullition**. Billes de verre rugueuses, de 2 mm à 3 mm de diamètre, ou autres régulateurs d'ébullition, nettoyés comme indiqué en 6.1.

## NOTE SUR LA PRÉPARATION DE LA VERRERIE

La verrerie utilisée doit être d'une propreté absolue et doit être conservée à l'abri de la poussière. Ceci est réservé uniquement pour l'emploi pour les essais DCO.

## 7 Échantillonnage et échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés de préférence en bouteilles de verre, des bouteilles en polyéthylène pouvant également convenir. Analyser les échantillons dès que possible et, au plus tard, dans les 5 jours qui suivent le prélèvement. Si l'échantillon doit être conservé avant l'analyse, ajouter 10 ml d'acide sulfurique (5.1) par litre d'échantillon. Le conserver entre 0 °C et 5 °C. Agiter les bouteilles utilisées pour la conservation et s'assurer que leurs contenus sont bien homogénéisés avant de prélever une prise d'essai pour l'analyse.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Détermination

Transvaser 10,0 ml de l'échantillon pour l'analyse (dilué, si nécessaire) dans la fiole de l'appareil à reflux (6.1) et ajouter 5,00 ml  $\pm$  0,01 ml de la solution de dichromate de potassium (5.3) et quelques régulateurs d'ébullition (6.4) à la prise d'essai (tous jours 10 ml) et agiter soigneusement.

Ajouter lentement et avec précaution 15 ml d'acide sulfurique-sulfate d'argent (5.2) et raccorder immédiatement la fiole au réfrigérant.

Amener le mélange réactionnel à l'ébullition en 10 min et continuer l'ébullition pendant encore 110 min.

La température du mélange réactionnel doit être de 148 °C  $\pm$  3 °C.

Refroidir la fiole immédiatement dans l'eau froide à environ 60 °C et rincer le réfrigérant avec un petit volume d'eau. Enlever le réfrigérant et diluer le mélange réactionnel à environ 75 ml et le refroidir à la température ambiante.

Titre l'excès de dichromate avec la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (5.4), en présence de 1 ou 2 gouttes de la solution d'indicateur à la ferroïne (5.6).

### NOTES

3 Le mélange réactionnel doit bouillir doucement, sans soubresauts. Des soubresauts seraient l'indice d'une surchauffe locale de la solution, ce qui pourrait conduire à des résultats erronés. Les soubresauts peuvent être dus à un chauffage trop intense ou à des granules régulateurs d'ébullition inefficaces.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 6060:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6060-1989/iso-6060-1989>

4 Bien que la quantité de ferroïne ne soit pas critique, elle doit demeurer aussi constante que possible. Noter comme point de virage le changement brusque de couleur du bleu-vert au brun-rouge, même si le bleu-vert réapparaît au bout de quelques minutes.

## 8.2 Essai à blanc

Effectuer en parallèle deux essais à blanc avec chaque série de déterminations en suivant le même mode opératoire qu'en 8.1, mais en remplaçant la prise d'essai de 10,0 ml par de l'eau. Voir aussi la note à l'article 5.

## 8.3 Essai témoin

Pour chaque série de déterminations, vérifier la technique, de même que la pureté des réactifs par analyse de 10,0 ml de la solution étalon de référence (5.5) en suivant le même mode opératoire que pour la prise d'essai.

La demande théorique en oxygène de cette solution est de 500 mg/l; le procédé expérimental est satisfaisant si au moins 96 % de cette valeur est obtenu.

Dans ce cas également, un essai à blanc doit être effectué en parallèle comme indiqué en 8.2.

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Mode de calcul

La demande chimique en oxygène, DCO, exprimée en milligrammes par litre, est donnée par la formule

$$\frac{8000c(V_1 - V_2)}{V_0}$$

où

- $c$  est la concentration en quantité de matière, exprimée en moles par litre, de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium, calculée selon 5.4;
- $V_0$  est le volume, en millilitres, de la prise d'essai avant dilution (s'il y a lieu);
- $V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (5.4), utilisé pour l'essai à blanc;
- $V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (5.4), utilisé pour la détermination;
- 8 000 est la masse molaire, en milligrammes par litre, de  $\frac{1}{2} O_2$ .

Exprimer le résultat au milligramme par litre le plus proche. Les valeurs inférieures à 30 mg/l doivent être notées «< 30 mg/l».

## 9.2 Reproductibilité

Les données obtenues avec un mode opératoire très semblable<sup>2)</sup> indiquent que l'écart-type obtenu par la comparaison d'un même effluent, par différents laboratoires, est inférieur à 10 mg/l.

Environ 40 laboratoires différents ont analysé des échantillons à une valeur de DCO = 500 mg/l. L'écart-type était de 20 mg/l pour une solution d'hydrogénophthalate de potassium, et de 25 mg/l pour un effluent industriel provenant d'une fabrique de pâte à papier et de papier. À la valeur de 50 mg/l, l'écart-type était d'environ 10 mg/l pour un effluent similaire.

Lors d'une autre étude, deux échantillons d'un effluent industriel furent analysés par 32 laboratoires. Les valeurs de DCO étaient respectivement de 140 mg/l et de 160 mg/l, et l'écart-type interlaboratoire était voisin de 14 mg/l pour les deux échantillons.

## 10 Interférences

La méthode est sensible à certaines interférences, notamment aux chlorures. Des agents réducteurs inorganiques, tels que nitrites, sulfures et fer(II) contribuent à accroître le résultat. Une pratique acceptable consiste à inclure la demande en oxygène de tels agents comme partie de la valeur de la DCO globale de l'échantillon. Lorsque la teneur en chlorures dépasse 1000 mg/l, un mode opératoire modifié doit être appliqué.

L'interférence des chlorures est réduite, mais pas totalement éliminée, par l'ajout de sulfate de mercure(II) à la prise d'essai, ce qui conduit à la formation du chloromercurate(II) soluble.

Les hydrocarbures aromatiques et la pyridine ne sont pas oxydés de façon complète. Certaines substances organiques très volatiles peuvent échapper à l'oxydation par évaporation. Les composés aliphatiques à chaîne non ramifiée sont efficacement oxydés en présence d'acide sulfurique-sulfate d'argent (5.2).

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;

2) *Chemical Oxygen Demand of Polluted and Waste Waters*. London, Her Majesty's Stationery Office, 1978.

- b) identification précise de l'échantillon;
- c) les résultats, exprimés en milligrammes d'oxygène par litre;
- d) toute modification apportée au mode opératoire spécifié ou tout autre incident ayant pu agir sur les résultats.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6060:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86610dd2-6ecf-41c4-841d-689a3cdf5370/iso-6060-1989>