

147

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9562

Première édition
1989-09-01

**Qualité de l'eau — Dosage des halogènes des
composés organiques adsorbables (AOX)**

Water quality — Determination of adsorbable organic halogens (AOX)



Numéro de référence
ISO 9562 : 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 9562 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

© 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

Les AOX sont des paramètres utilisés à des fins de contrôle pour l'eau. Ils couvrent la totalité des bromures et des chlorures organiquement liés qui peuvent être adsorbés sur du charbon actif. Cette méthode comprend les étapes de prétraitement et d'adsorption suivantes:

- a) strippage des composés organohalogénés volatils (voir 8.1.1);
- b) adsorption des composés organohalogénés, soit par agitation (voir 8.1.2.1), soit par adsorption sur colonne (voir 8.1.2.2).

Bien que les recherches aient montré que les récupérations pour presque toutes les substances testées sont presque quantitatives, quelques exceptions demeurent, par exemple des substances hydrophiles comme l'acide monochloroacétique ou le trichlorotrifluoroéthane.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9562:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77fa125a-dd6e-462d-b3b8-04dc730127d0/iso-9562-1989>

Qualité de l'eau — Dosage des halogènes des composés organiques adsorbables (AOX)

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale convient en général à la détermination directe des composés organohalogénés, y compris les composés volatils (voir 8.1.1) adsorbables sur charbon actif (AOX), dans des eaux ayant une valeur en AOX de plus de 10 µg/l d'halogènes, chlore, brome et, en partie, iode (voir 1.4), organiquement liés (déterminés en tant que chlorure). La concentration en carbone organique dissous (COD) doit être inférieure à 10 mg/l et la concentration en chlorures minéraux inférieure à 1 g/l. Les échantillons de concentration plus élevée doivent être dilués avant d'être analysés (voir annexe A). Si la concentration des halogènes organiques dans l'échantillon est inférieure à 10 µg/l et si la valeur de COD est proportionnellement faible, il est possible de choisir un échantillon de volume plus grand que celui prévu dans la présente Norme internationale. En ce qui concerne les échantillons qui contiennent des matières en suspension, les composés halogénés présents sont aussi couverts par le dosage.

1.2 Les interférences lors de la filtration, causées par des colloïdes pendant la séparation du charbon actif de la phase aqueuse, peuvent être évitées, par exemple grâce à un ajout d'adjuvants de filtrage comme la diatomite, ou surmontées par la floculation du charbon chargé.

1.3 La présence du chlore actif peut entraîner des résultats élevés dans le dosage des AOX. La réaction de ces agents d'oxydation avec les constituants organiques de l'échantillon et avec le charbon actif peut être empêchée par l'ajout d'agents de réduction, par exemple du sulfite de sodium, immédiatement après l'échantillonnage.

1.4 Les composés de l'iode inorganiques interfèrent avec l'adsorption et la détection. Les composés organiques de l'iode peuvent conduire à des résultats élevés non reproductibles.

1.5 Des concentrations importantes de bromure inorganique peuvent provoquer des interférences.

1.6 Les halogénures minéraux peu solubles peuvent conduire à des résultats élevés. Des cellules vivantes (par exemple des micro-organismes, des algues) peuvent conduire à des résultats élevés en raison de leur teneur en chlorure. Dans ce cas, l'échantillon ne sera analysé qu'au moins 8 h après acidification.

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 5667-1 : 1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.*

ISO 5667-2 : 1982, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général pour les techniques d'échantillonnage.*

ISO 5667-3 : 1985, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

ISO 8245 : 1987, *Qualité de l'eau — Guide pour le dosage du carbone organique total (COT).*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 halogènes des composés organiques adsorbables (AOX): Quantité d'halogène, chlore et brome, contenue dans les composés organiques, déterminée en tant que chlorure, en suivant le mode opératoire décrit dans la présente Norme internationale.

3.2 carbone organique dissous (COD): Quantité de carbone organique présent dans un échantillon d'eau après filtration sur une membrane filtrante dont la porosité est de 0,45 µm.

4 Principe

Acidification de l'échantillon d'eau par de l'acide nitrique. Stripage de l'échantillon (si approprié) et combustion des composés organo-halogénés volatils effectués à part. Adsorption par

le charbon actif de la substance organique contenue dans l'échantillon. Déplacement des halogénures minéraux par rinçage avec une solution de nitrate de sodium.

Combustion du charbon chargé dans un courant d'oxygène. Absorption des halogénures et détermination de leur concentration, par exemple par microcoulométrie.

5 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue. Vérifier la pureté de l'eau, des réactifs chimiques et des gaz utilisés. S'assurer que la teneur en AOX est négligeable comparée à la teneur la plus faible en AOX qui doit être déterminée. Stocker l'eau purifiée dans un flacon en verre, sur du charbon actif (5.1).

5.1 Charbon actif.

Pour la manipulation et le prétraitement du charbon actif, voir annexe B. La capacité d'adsorption du charbon actif à utiliser est indiquée par l'indice d'iode (voir annexe B). L'essai à blanc du charbon actif rincé devrait être de moins de 15 µg de chlore par gramme de charbon actif.

NOTE — Pour le mode opératoire décrit en 8.1.2.1, il convient d'utiliser de la poudre de charbon actif d'une porosité d'environ 10 µm; pour le mode opératoire décrit en 8.1.2.2, du charbon actif d'une porosité de 100 µm avec une faible dispersion de la taille de grains doit être préféré.

5.2 Acide nitrique, $\rho = 1,4$ g/ml, solution à 65 % (m/m).

5.3 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,100$ mol/l.

5.4 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml.

5.5 Gaz pour la combustion, par exemple oxygène (O_2), ou un mélange d'oxygène et de gaz inerte.

5.6 Nitrate, solution mère.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 17 g de nitrate de sodium (NaNO_3) dans de l'eau, ajouter 1,4 ml d'acide nitrique (5.2) et compléter au volume avec de l'eau.

5.7 Nitrate, solution de lavage.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer 50 ml de la solution mère de nitrate (5.6) avec de l'eau et compléter au volume avec de l'eau.

5.8 Sulfite de sodium, solution, $c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 0,2$ mol/l.

5.9 *p*-Chlorophénol, solution étalon mère correspondant à 1 mg de chlore organique par litre.

Dissoudre 72,5 mg de *p*-chlorophénol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{ClO}$) dans 100 ml d'eau; introduire, à l'aide d'une pipette, 5 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de chlore organique.

5.10 *p*-Chlorophénol, solutions étalons.

À l'aide d'une pipette, introduire 1 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml et 25 ml de la solution mère (5.9) dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau.

Les solutions doivent être préparées quotidiennement.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Appareil pour le strippage, la combustion et la détection.

6.1.1 Appareil de combustion, par exemple composé d'un four, capable de chauffer jusqu'à au moins 950 °C, équipé d'un tube en quartz de 2 cm à 3 cm de diamètre et de 30 cm de longueur (la figure C.1 présente un exemple de cet appareil).

6.1.2 Godet en quartz, s'adaptant au tube (voir 6.1.1).

6.1.3 Microcoulomètre, capable de déterminer 1 µg de Cl^- avec un écart-type de moins de 10 % ou un dispositif équivalent servant à détecter les ions chlorure.

6.1.4 Absorbent, rempli d'acide sulfurique et servant à sécher le flux de gaz. Veiller à éviter tout refoulement.

6.1.5 Entrée de gaz, en verre, en métal ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE), pour le strippage.

6.2 Appareillage pour l'adsorption, comme décrit en 8.1.2.1.

6.2.1 Appareil de filtration, comprenant par exemple un entonnoir pour filtration, d'une capacité de 0,15 litre et un filtre de diamètre 25 mm.

6.2.2 Membrane filtrante en polycarbonate, à basse teneur en chlorure, de 25 mm de diamètre et d'un diamètre moyen de pore de 0,4 µm.

6.2.3 Fiole conique, à col conique.

6.2.4 Agitateur mécanique, muni par exemple d'un disque entraîneur.

6.3 Appareillage pour l'adsorption, comme décrit en 8.1.2.2.

6.3.1 Unité d'adsorption, par exemple une unité consistant en une pompe à piston munie d'un tuyau en PTFE et de tubes d'adsorption, de 2 mm ou 3 mm de diamètre interne, de 40 mm à 50 mm de longueur, remplis d'environ 50 mg de charbon actif entre de la laine de céramique.

7 Échantillonnage et prétraitement des échantillons

Utiliser seulement des récipients en verre pour l'échantillonnage, le transport et le stockage.

7.1 Ajouter immédiatement jusqu'à 5 ml de solution de sulfite de sodium (5.8) par 100 ml d'échantillon à des échantillons qui contiennent des agents d'oxydation (voir article 1).

7.2 Ajuster le pH de l'échantillon à une valeur comprise entre 1,5 et 2,0 en ajoutant de l'acide nitrique (5.2), et laisser reposer 8 h si nécessaire (voir article 1).

7.3 Remplir complètement les récipients en évitant les bulles d'air.

7.4 Analyser l'échantillon d'eau le plus vite possible après l'échantillonnage. S'il est nécessaire de stocker, conserver l'échantillon acidifié à 4 °C, mais pas plus de 3 jours.

7.5 Amener l'échantillon d'eau à la température ambiante avant de l'analyser.

8 Mode opératoire

8.1 Étapes de séparation

8.1.1 Strippage et détermination des composés halogénés volatils

Cette étape peut être négligée si l'échantillon contient moins de 50 % de composés organohalogénés volatils.

Placer un échantillon, par exemple de 100 ml, dans un barboteur.

Connecter le barboteur (6.1.5) d'une part, à une alimentation en oxygène immergée dans l'échantillon aussi complètement que possible et d'autre part, à un tube à combustion (6.1.1).

Ajuster le flux d'oxygène à 150 ml/min; assurer une répartition uniforme des bulles.

Alimenter le mélange gazeux dans l'appareil de combustion (6.1.1) à environ 950 °C.

Purger pendant au moins 10 min ou jusqu'à la fin de la réaction (pas de signal montant dans le voltmètre).

Déterminer coulométriquement les halogénures qui en résultent, comme spécifié à l'article 10.

8.1.2 Adsorption

L'adsorption peut être effectuée en suivant soit le mode opératoire décrit en 8.1.2.1, soit celui décrit en 8.1.2.2.

8.1.2.1 Adsorption par agitation

Prendre l'échantillon, si nécessaire prétraité comme indiqué en 8.1.1, et le placer sur un agitateur mécanique (6.2.4).

Si le barboteur ne peut pas être fixé sur un agitateur mécanique, transférer l'échantillon dans une fiole conique (6.2.3) et rincer le barboteur avec un peu d'eau (article 5).

Si l'on n'a pas effectué de strippage, placer 100 ml de l'échantillon d'eau convenablement préparé dans une fiole conique d'une capacité de 250 ml, par exemple.

Ajouter 5 ml de la solution mère de nitrate (5.6) et vérifier que le pH est inférieur à 2.

Ajouter 50 ml de charbon actif (5.1) et agiter la suspension pendant au moins 1 h.

Filtrer la suspension sur une membrane filtrante en polycarbonate (6.2.1). Si nécessaire, filtrer par aspiration.

Laver le gâteau de filtre avec environ 25 ml de la solution de lavage de nitrate (5.7) en plusieurs fractions. Après filtration, placer le gâteau de filtre humide et le filtre de polycarbonate dans un godet de combustion en quartz et continuer comme indiqué en 8.2.

NOTES

1 Une valeur constante du COD indique que l'adsorption a été intégrale et peut être vérifiée par détermination du COD.

2 On peut utiliser des volumes différents d'échantillon (par exemple, 50 ml ou 100 ml) pour vérifier l'intégralité de l'adsorption. Dans ce cas, la différence dans la valeur AOX devrait être de moins de 10 %. Dans le cas d'effluents contenant des constituants riches en molécules (par exemple, des effluents de fabrique de pâte à papier, un temps d'adsorption supérieur à 1 h peut être nécessaire. Dans ce cas, la période d'agitation sera prolongée, par exemple, jusqu'au lendemain.

3 Le gâteau de filtre ne sera pas aspiré jusqu'à sec, afin d'éviter des résultats élevés (contamination par l'air des laboratoires).

4 Si des difficultés surviennent lors de la filtration, les solides peuvent subir une floculation. Ajouter 0,5 ml d'une solution aqueuse de sulfate d'aluminium (6,3 g/l) au charbon actif en suspension en agitant. Ajuster le pH de la suspension entre 6,8 et 7,2 avec du carbonate de sodium solide. Ajouter, en agitant, 0,2 ml à 0,4 ml d'une solution aqueuse de polyacrylamide partiellement hydrolysée (0,2 g/l). Continuer à agiter pendant un court moment, puis laisser les floccs qui se sont formés se déposer. Décanter le liquide surnageant et soumettre les floccs au traitement supplémentaire comme indiqué au cinquième alinéa de 8.1.2.1.

8.1.2.2 Adsorption sur charbon actif en colonnes

Si l'échantillon a été prétraité comme indiqué en 8.1.1, lui ajouter 5 ml de solution mère de nitrate (5.6).

Si le prétraitement indiqué en 8.1.1 a été omis, ajouter 5 ml de solution mère de nitrate à, par exemple, 100 ml d'échantillon d'eau prétraitée comme indiqué dans l'article 7 et vérifier que le pH est inférieur à 2.

Passer l'échantillon à travers l'unité d'adsorption (6.3.1) disposée en série et chargée de charbon actif à un débit de 3 ml/min.

Laver chaque colonne avec 10 ml à 20 ml de solution de lavage de nitrate (5.7) à un débit de 3 ml/min.

Transférer séparément le charbon actif humide et la laine de céramique de chaque colonne dans des godets à combustion en quartz et les enflammer individuellement, comme décrit en 8.2.

NOTE — La valeur AOX obtenue dans la seconde colonne d'adsorption ne devrait pas excéder 10 % de celle de la première colonne. Dans le cas contraire, l'échantillon doit être dilué (voir annexe A).

8.2 Combustion

Il convient d'observer les instructions du fabricant.

La température de la chambre de combustion (6.1.1) doit être d'au moins 950 °C; les autres paramètres d'exploitation sont choisis conformément à ceux indiqués par le fabricant de l'appareil.

8.2.1 Connecter l'alimentation en oxygène au tube à combustion et le tube à l'absorbeur (voir figure C.1).

NOTE — Il faut éviter le renvoi par siphonnage de l'acide sulfurique dans le tube à combustion, causé par une baisse de température ou de pression.

8.2.2 Ajuster le débit de l'oxygène à environ 150 ml/min.

8.2.3 Introduire lentement le godet en quartz dans la zone chauffée du tube, afin d'être sûr que l'humidité puisse s'échapper lentement de l'échantillon.

NOTE — Les dimensions du four, le temps de séjour, la température et l'écoulement du gaz peuvent affecter les résultats.

8.3 Étalonnage et vérification

Le microcoulomètre doit être vérifié chaque jour dans la plage appropriée.

8.3.1 Vérification du microcoulomètre

Injecter 1 µl, 2 µl, 3 µl, 4 µl, 5 µl, 6 µl, 7 µl, 8 µl, 9 µl et 10 µl de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) directement dans la cellule de titrage.

Mesurer, dans chaque cas, la quantité de charge transférée.

Établir une droite de régression pour les séries de valeurs mesurées obtenues par régression linéaire, conformément à l'équation (1):

$$Q = a \times Q_t + b \quad \dots (1)$$

où

Q est la quantité mesurée de charge transférée, en coulombs;

Q_t est la quantité théorique de charge, en coulombs;

a est la pente de la droite de régression (production de courant de l'électrolyse);

b est l'ordonnée de l'interception de la droite de régression avec l'axe des ordonnées, en coulombs.

La quantité théorique de charge est obtenue par l'équation (2):

$$Q_t = V \times c_{Cl} \times F \quad \dots (2)$$

où

V est le volume de la solution d'acide chlorhydrique, en litres;

c_{Cl} est la concentration réelle, exprimée en moles de Cl⁻ par litre, de la solution d'acide chlorhydrique;

F est la constante de Faraday: $F = 96\,487$ C/mol.

8.3.2 Vérification du mode opératoire

Analyser cinq solutions étalons (5.10) supplémentaires et un blanc de concentrations connues d'AOX. Suivre le mode opératoire décrit en 8.1.2.1 ou 8.1.2.2.

NOTE — Le résultat de la vérification est acceptable si le coefficient de corrélation est supérieur à 0,999. Dans le cas contraire, les points de mesure devraient être évalués graphiquement. Le diagramme montrera les points aberrants, les hautes variances, ou la non-linéarité, qui peuvent être les causes de résultats insatisfaisants. Afin de procéder à une vérification quotidienne de tout le mode opératoire, mesurer un point dans la partie centrale de la zone de travail. La différence entre la valeur mesurée et la valeur théorique ne doit pas excéder 10 % (taux de recouvrement 91 % à 110 %).

8.4 Essai à blanc

8.4.1 Généralités

L'essai à blanc ne doit pas excéder 3 µg ou 30 µg/l respectivement; sinon, vérifier séparément la phase d'adsorption, la phase de combustion et la détermination microcoulométrique. Une contamination importante de l'air du laboratoire par des composés halogénés organiques peut provenir de produits chimiques de laboratoire ou d'autres sources, par exemple, de liquide correcteur pour machines à écrire. Afin d'éviter des résultats élevés, le gâteau de filtre de charbon ne doit pas être aspiré sous vide lors du dosage. Si l'air du laboratoire est très contaminé, même le volume mort du dispositif de purge peut entraîner des résultats élevés. Si des adjuvants de filtration et de floculation sont ajoutés, l'essai à blanc doit être réalisé en conséquence, c'est-à-dire en tenant compte de ces matériaux.

8.4.2 Essai à blanc selon la méthode décrite en 8.1.2.1

Maintenir 50 mg de charbon actif (5.1) en suspension dans environ 50 ml de solution de lavage de nitrate (5.7) et agiter pendant 1 h.

Éliminer par filtration le charbon lavé, comme indiqué en 8.1.2.1, et déterminer la teneur en chlore organiquement lié.

8.4.3 Essai à blanc selon la méthode décrite en 8.1.2.2

Procéder comme prescrit en 8.1.2.2, en utilisant 100 ml d'eau (article 5) à la place de l'échantillon.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul

Calculer la concentration des halogènes organiques adsorbables (AOX) à l'aide de l'équation (3):

$$P_{Cl} = \left(\frac{N_1}{V_1} + \frac{N_2 - N_0}{V_2} \right) \times \frac{M \times a}{F} \quad \dots (3)$$

où

Q_{Cl} est la concentration en masse, en microgrammes par litre, d'AOX sous forme de Cl^- ;

N_0 est la valeur mesurée du blanc, en coulombs, conformément à 10.3;

N_1 est la valeur mesurée, en coulombs, des composés halogénés organiques strippés Q ;

N_2 est la valeur mesurée, en coulombs, des composés halogénés organiques adsorbés Q ;

M est la masse molaire de chlorure:
 $M = 35,45 \times 10^6 \mu\text{g/mol}$;

V_1 est le volume, en litres, de l'échantillon strippé;

V_2 est le volume, en litres, de l'échantillon utilisé pour l'adsorption;

a et F ont les mêmes significations que dans les équations (1) et (2).

Si l'échantillon n'a pas subi de strippage, N_1/V_1 est supprimé.

NOTE — Les résultats de la seconde colonne d'adsorption n'entrent pas dans le calcul et ne sont utilisés que pour vérifier si l'adsorption a été complète.

Les résultats doivent être exprimés en microgrammes de chlorure par litre ou en milligrammes de chlorure par litre avec deux chiffres significatifs.

EXEMPLE :

Concentration en halogènes des composés organiques adsorbables (AOX) calculés comme chlorure :

74 $\mu\text{g/l}$

6,2 mg/l

9.2 Fidélité

Un essai interlaboratoire organisé en janvier 1985 a fourni les résultats figurant au tableau 1.

Tableau 1 — Résultats d'essai

Type d'eau	l	n	n_a	\bar{x}	σ_r	VC_r	σ_R	VC_R
Eau de boisson	24	96	4	19,0	2,22	11,7	3,86	20,3
Eau de surface	26	103	5	69,0	3,02	5,7	8,82	12,8
Effluent	26	104	4	777,0	23,97	3,1	103,46	13,3

l est le nombre de laboratoires;
 n est le nombre de valeurs valables mesurées;
 n_a est le nombre d'aberrants;
 \bar{x} est la moyenne générale, en microgrammes par litre (après rejet des aberrants);
 σ_r est l'écart-type de répétabilité, en microgrammes par litre;
 VC_r est le coefficient de variation de répétabilité, en pourcentage;
 σ_R est l'écart-type de reproductibilité, en microgrammes par litre;
 VC_R est le coefficient de variation de reproductibilité, en pourcentage.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes :

- la référence à la présente Norme internationale;
- l'identification précise de l'échantillon;
- si nécessaire, l'indication qu'un strippage a été effectué;
- le mode d'adsorption utilisé;
- l'expression des résultats comme prescrit au dernier alinéa de 9.1;
- les détails relatifs à tout écart par rapport au mode opératoire prescrit dans la présente Norme internationale et l'indication de toutes les circonstances susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

Annexe A **(normative)**

Dosage des AOX après dilution

Les échantillons d'eau, dont les valeurs de COD sont supérieures à 10 mg/l et/ou la concentration en chlorure minéral est supérieure à 1 g/l, doivent être dilués avant l'analyse. Cependant, la dilution doit être exécutée de façon que la valeur AOX reste supérieure à 10 mg/l.

Pour la dilution, préparer une aliquote de l'échantillon acidifié (voir article 7), ajouter un volume mesuré d'eau, et procéder à l'adsorption comme indiqué en 8.1.2.1 ou 8.1.2.2. Toute dilution doit être prise en compte dans le calcul.