
**Qualité de l'eau — Dosage des halogènes
adsorbables organiquement liés (AOX)**

*Water quality — Determination of adsorbable organically bound halogens
(AOX)*

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

[ISO 9562:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9c4445d-4d49-4751-a5a5-4f7ac471e162/iso-9562-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9c4445d-4d49-4751-a5a5-4f7ac471e162/iso-9562-1998>



Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Référence normative	1
3	Termes et définitions	1
4	Principe.....	2
5	Interférences	2
6	Réactifs.....	2
7	Appareillage	4
8	Échantillonnage et prétraitement des échantillons	5
9	Mode opératoire.....	6
10	Expression des résultats	9
11	Rapport d'essai.....	10
Annexe A (informative) Conservation du charbon actif		
		11
Annexe B (informative) Essai interlaboratoires		
		12
Bibliographie		
		14

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9c4445d-4d49-4751-a5a5-4f7ac471e162/iso-9562-1998>

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert 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, sous-comité SC 2, Méthodes physiques, chimiques et biochimiques.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9562:1989), dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

Introduction

L'AOX est un paramètre conventionnel utilisé à des fins de contrôle de la qualité de l'eau. Il prend en compte la totalité du chlore, du brome et de l'iode organiquement liés (mais pas du fluor), pouvant être adsorbés sur charbon actif dans des conditions définies, et, si l'échantillon n'est pas filtré, se trouvant sur les matières en suspension.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9562:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9c4445d-4d49-4751-a5a5-4f7ac471e162/iso-9562-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9c4445d-4d49-4751-a5a5-4f7ac471e162/iso-9562-1998>

Qualité de l'eau — Dosage des halogènes adsorbables organiquement liés (AOX)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination directe d'une teneur de plus de 10 µg/l en halogènes organiquement liés, chlore, brome et iode (exprimés en chlorure) adsorbables sur charbon actif.

La méthode est applicable à des concentrations en ions chlorure inorganique dans l'échantillon d'essai (voir l'article 9) inférieures à 1 g/l. Les échantillons présentant des concentrations supérieures doivent être dilués avant l'analyse.

En ce qui concerne les échantillons contenant des matières en suspension, les halogènes adsorbés sur les substances solides sont également mesurés. Une filtration de l'échantillon avant de procéder à l'analyse permet la détermination séparée des AOX dissous et des AOX particulaires.

NOTE La récupération de certains composés polaires ou hydrophiles, par exemple l'acide monochloroacétique, est incomplète.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9c4445d-4d49-4751-a5a5-4f7ac471e162/iso-9562-1998>

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

halogènes des composés adsorbables organiquement liés AOX

quantité équivalente de composés organiques halogénés (chlore, brome, iode) exprimée en tant que chlorure selon la présente Norme internationale

3.2 carbone organique dissous COD

quantité de carbone organique présent dans un échantillon d'eau après filtration sur un filtre de porosité de 0,45 µm

4 Principe

Acidification de l'échantillon d'eau par de l'acide nitrique. Adsorption sur charbon actif des substances organiques contenues dans l'échantillon par agitation en fioles ou par adsorption sur colonne. Déplacement des halogénures minéraux par rinçage du charbon actif avec une solution de nitrate de sodium acidifiée. Combustion du charbon après adsorption dans un courant d'oxygène. Adsorption des halogénures d'hydrogène et détermination par titrage argentimétrique des ions halogénures, par exemple par microcoulométrie. Expression du résultat en concentration en masse de chlorure.

5 Interférences

5.1 La présence de chlore libre peut entraîner des valeurs élevées en AOX. Les réactions de cet agent oxydant avec les constituants organiques de l'échantillon et avec le charbon actif peuvent être évitées par ajout de sulfite de sodium immédiatement après l'échantillonnage.

5.2 Certains composés inorganiques bromés et iodés se lient irréversiblement au charbon actif, ce qui entraîne des résultats par excès. Ces interférences peuvent être réduites par l'ajout de sulfite de sodium.

5.3 Les composés organiques bromés et iodés peuvent, au cours de la combustion, former du brome ou de l'iode élémentaire, ce qui peut entraîner des niveaux d'oxydation plus élevés de ces éléments. Ces fractions d'AOX peuvent être incomplètement déterminées, ce qui entraîne des résultats par défaut.

5.4 Les halogénures minéraux insolubles peuvent entraîner des résultats par excès.

5.5 Les échantillons contenant des cellules vivantes (par exemple, micro-organismes ou algues) peuvent, en raison de leur teneur en chlorure, entraîner des résultats par excès. Dans ce cas, l'échantillon ne sera analysé que 8 h après son acidification.

5.6 Pour des échantillons à teneur élevée en chlorure (environ 1 g/l), la méthode par agitation (voir 9.3.1) peut entraîner des interférences plus importantes (biais positif, voir 10.2) que la méthode sur colonne (voir 9.3.2).

6 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de grade 1 conformément à l'ISO 3696.

Vérifier le degré de pureté de l'eau, des réactifs chimiques et des gaz.

Pour une application efficace de la méthode, la teneur en AOX doit être négligeable, comparée à la teneur la plus faible en AOX à déterminer. La teneur totale en AOX de l'eau, des réactifs chimiques et des gaz peut être vérifiée en mesurant la valeur totale du blanc (voir 9.6).

6.1 Charbon actif.

Pour la méthode par agitation, utiliser un charbon actif de granulométrie d'environ 10 µm à 50 µm. Pour la méthode par adsorption sur colonne, utiliser un charbon actif de granulométrie d'environ 50 µm à 150 µm.

Pour la conservation du charbon actif, voir l'annexe A.

NOTE Différentes méthodes peuvent être utilisées pour la détermination de la capacité d'adsorption. L'une de ces méthodes est décrite en [1]. L'indice d'iode donne une indication sur la capacité d'adsorption du charbon actif. Il convient que l'indice d'iode déterminé selon la méthode spécifiée en [1] soit supérieur à 1 050.

La valeur à blanc du charbon actif rincé doit être inférieure à 15 µg d'équivalent chlorure par gramme de charbon actif.

6.2 Acide nitrique, HNO_3 , $\rho = 1,4$ g/ml, solution à 65 % (m/m).

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

La molarité doit être exactement connue, puisque l'acide est utilisé pour le contrôle du microtitrage (voir 9.5.1).

6.4 Acide sulfurique, H_2SO_4 , $\rho = 1,84$ g/ml.

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

6.6 Nitrate, solution mère, $c(\text{NaNO}_3) = 0,2$ mol/l.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 17 g de nitrate de sodium anhydre (NaNO_3) dans de l'eau, ajouter 1,4 ml d'acide nitrique (voir 6.2) et compléter au volume avec de l'eau.

6.7 Nitrate, solution de lavage, $c(\text{NaNO}_3) = 0,01$ mol/l.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire avec une pipette 50 ml de solution mère de nitrate (voir 6.6) et compléter au volume avec de l'eau.

6.8 Solution de sulfite de sodium, $c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 1$ mol/l.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 126 g de sulfite de sodium anhydre (Na_2SO_3) dans de l'eau et compléter au volume avec de l'eau.

6.9 4-Chlorophénol, solution mère, AOX = 200 mg/l.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 72,5 mg de 4-chlorophénol ($\text{C}_6\text{H}_4\text{ClOH}$) dans de l'eau et compléter au volume avec de l'eau.

6.10 4-Chlorophénol, solution de travail, AOX = 1 mg/l.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire à la pipette 5 ml de solution mère de 4-chlorophénol (voir 6.9) et compléter au volume avec de l'eau.

6.11 Acide 2-chlorobenzoïque, solution mère, AOX = 250 mg/l.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 110,4 mg d'acide 2-chlorobenzoïque ($\text{ClC}_6\text{H}_4\text{COOH}$) dans de l'eau et compléter au volume avec de l'eau.

L'acide 2-chlorobenzoïque se dissout très lentement. Il est conseillé de préparer la solution la veille de son utilisation.

6.12 Acide 2-chlorobenzoïque, solution de travail, AOX = 1 mg/l.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire à la pipette 4 ml de la solution mère d'acide 2-chlorobenzoïque (voir 6.11) et compléter au volume avec de l'eau.

Les solutions mères (voir 6.9 et 6.11) se conservent au moins 1 mois et les solutions de travail (voir 6.10 et 6.12) 1 semaine à 4 °C dans des flacons en verre.

6.13 Solutions étalons pour la vérification du mode opératoire (9.5.2)

À l'aide d'une pipette, introduire 1 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml et 25 ml des solutions de travail (voir 6.10 ou 6.12) dans cinq fioles jaugées de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau.

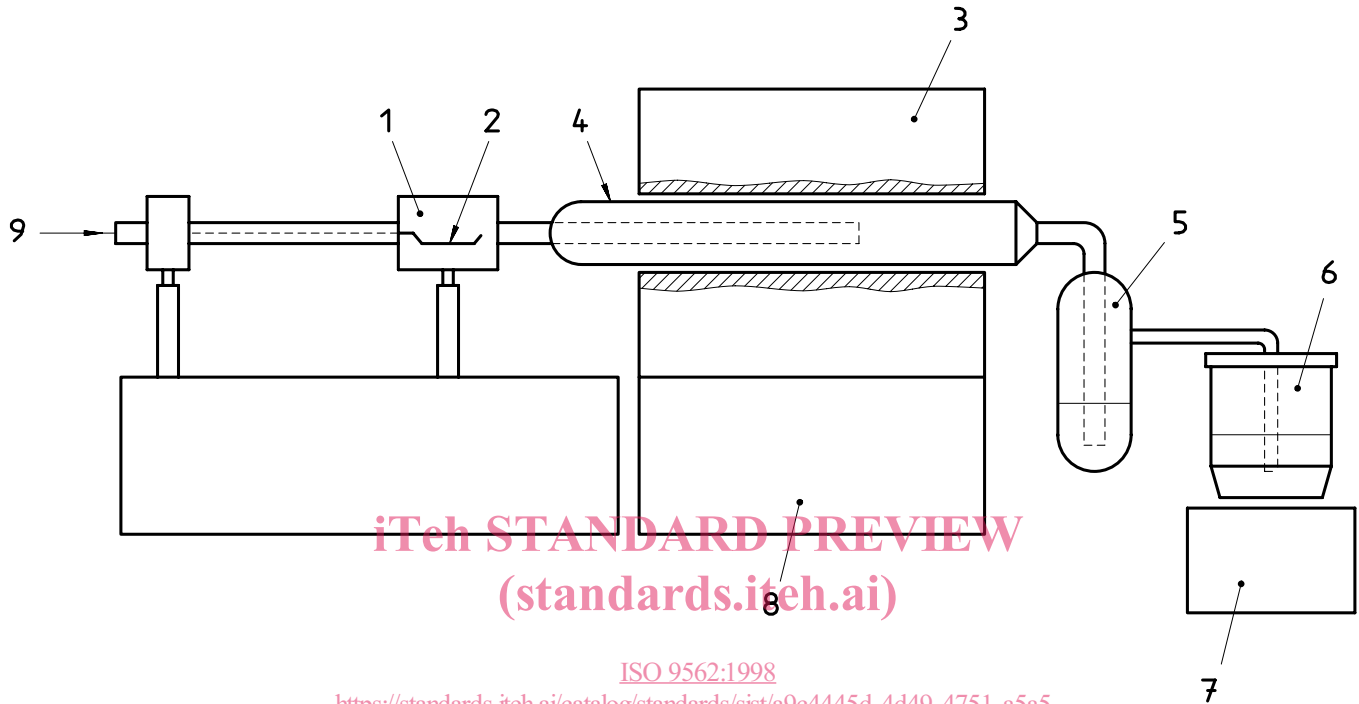
Ces solutions contiennent respectivement 10 µg/l, 50 µg/l, 100 µg/l, 200 µg/l et 250 µg/l d'AOX.

Les solutions doivent être préparées quotidiennement.

7 Appareillage

7.1 Appareillage pour la combustion et la détection

7.1.1 Appareillage de combustion, composé d'un four pouvant être chauffé à au moins 950 °C, équipé d'un tube en quartz de 2 cm à 4 cm de diamètre intérieur et de 30 cm de longueur (voir l'exemple présenté à la Figure 1).



ISO 9562:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9c4445d-4d49-4751-a5a5-4f7ac471e162/iso-9562-1998>

Légende

- | | |
|--|---|
| 1 Entrée de l'échantillon pour l'AOX | 6 Cellule de titrage |
| 2 Échantillon d'AOX | 7 Agitateur |
| 3 Four | 8 Dispositif de contrôle de la température et du débit de gaz |
| 4 Tube de combustion | 9 Entrée des gaz de combustion |
| 5 Absorbant, rempli d'acide sulfurique | |

7.2 Appareillage pour l'adsorption

7.2.1 Unité d'adsorption pour la méthode par agitation (9.3.1)

7.2.1.1 Appareil de filtration, par exemple avec un entonnoir pour filtration d'une capacité de 0,15 l et d'un diamètre du filtre de 25 mm.

7.2.1.2 Membrane filtrante en polycarbonate, par exemple d'un diamètre intérieur de 25 mm et d'une porosité de 0,45 µm, ou matériel filtrant équivalent, tel qu'un filtre en quartz.

7.2.1.3 Fiole conique (Erlenmeyer).

7.2.1.4 Agitateur mécanique pour les fioles décrites en 7.2.1.3, équipé par exemple d'un plateau vibrant.

7.2.2 Appareillage pour l'adsorption sur colonne (9.3.2)

Une pompe adéquate doit être installée, par exemple une pompe à piston équipée d'un tuyau en polytétrafluoroéthylène (PTFE) et de deux colonnes d'adsorption disposées en série et alignées verticalement, d'environ 3 mm de diamètre intérieur et de 40 mm à 50 mm de longueur, et remplies d'environ 50 mg de charbon actif. D'autres dimensions de colonnes sont permises. Les matières en suspension peuvent boucher les colonnes. Pour éviter ceci, un préfiltre en ligne rempli par exemple de laine de céramique (7.2.3) et relié à l'appareillage d'adsorption est nécessaire.

7.2.3 Laine de céramique ou matériau équivalent pour retenir le charbon actif dans les colonnes.

8 Échantillonnage et prétraitement des échantillons

Utiliser des récipients en verre ou en matière plastique avec un dispositif de fermeture d'un matériau approprié tel que le PTFE. Vérifier qu'il n'y a pas d'interférence due aux pertes ou aux contaminations en substances organiques halogénées.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9c4445d-4d49-4751-a5a5->

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9c4445d-4d49-4751-a5a5->

Si de faibles concentrations en composés halogénés organiques sont attendues (par exemple si l'AOX < 50 µg/l), il est conseillé d'utiliser des récipients en verre.

Prélever les échantillons en tenant compte des propriétés particulières de la matrice et s'assurer qu'il n'y a pas de pertes des composés à analyser.

Si l'on suspecte la présence de substances oxydantes dans l'échantillon, ajouter jusqu'à 10 ml de solution de sulfite de sodium (voir 6.8) par litre d'échantillon, immédiatement après échantillonnage.

Pour examiner la présence de chlore libre dans les échantillons avant ou après ajout de sulfite de sodium (voir 6.8), appliquer la procédure suivante sur un échantillon séparé. Transférer quelques millilitres d'échantillon acidifié dans un tube à essai. Dissoudre quelques cristaux d'iodure de potassium (KI) dans l'échantillon et ajouter quelques gouttes de solution d'amidon à 1 %. Une coloration bleue indique la présence de chlore actif. La même réaction peut être provoquée par la présence d'autres agents oxydants avec un potentiel d'oxydation suffisant.

Ajouter 2 ml d'acide nitrique (voir 6.2) par litre d'échantillon et remplir complètement le flacon sans laisser de bulles d'air. Si besoin (voir 5.5), laisser reposer l'échantillon pendant 8 h. Normalement, la quantité d'acide ajouté suffit pour obtenir un pH < 2. Il peut être nécessaire d'ajouter à nouveau de l'acide pour atteindre le pH souhaité.

Analyser l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage ou 8 h après l'échantillonnage en cas de présence de cellules vivantes (voir 5.5). Si cela n'est pas possible, et si un stockage est inévitable, conserver l'échantillon acidifié à 4 °C ou le congeler.

Avant de procéder à l'analyse, ramener l'échantillon à température ambiante.

NOTE Pour les échantillons contenant des composés halogénés organiques volatils, par exemple des solvants chlorés, il est recommandé de réaliser l'analyse dans les 24 h suivant l'échantillonnage. Il n'est pas indiqué de durée maximale de conservation puisque celle-ci dépend des circonstances.

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

Il est essentiel que les essais conduits conformément à la présente Norme internationale soient effectués par un personnel convenablement qualifié.

L'échantillon soumis à l'analyse doit avoir une valeur d'AOX idéalement située dans la gamme de travail optimale de l'instrument, généralement comprise entre 10 µg/l et 300 µg/l. La concentration en chlorure ne doit pas excéder 1 g/l. Il peut être nécessaire de diluer l'échantillon avec de l'eau acidifiée pour obtenir un pH < 2 avant de commencer l'analyse.

Lorsqu'il est nécessaire de diluer, ne pas utiliser moins de 5 ml de l'échantillon initial. Noter le facteur de dilution (volume final divisé par le volume initial). Si le facteur de dilution est > 10, diluer en deux étapes, au moins.

9.2 Homogénéisation

S'assurer de l'homogénéité de l'échantillon en mélangeant ou en agitant l'échantillon dans le flacon d'échantillonnage jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène.

Prendre un échantillon homogène de 100 ml.

Si l'échantillon ne peut être homogénéisé intégralement, envisager une filtration préalable de l'échantillon. Dans ce cas, uniquement la partie soluble de l'AOX de l'échantillon sera déterminée.

9.3 Adsorption

9.3.1 Méthode par agitation

Transférer l'échantillon d'essai (voir 9.2) dans une fiole conique (7.2.1.3) dont la contenance ne doit pas dépasser 250 ml afin de réduire le volume d'air dans le flacon.

Ajouter 5 ml de solution mère de nitrate (voir 6.6) dans la fiole et s'assurer que le pH est inférieur à 2.

Ajouter 50 mg de charbon actif (voir 6.1), fermer la fiole et agiter la suspension pendant 1 h.

Filtrer la suspension à travers un système filtrant (voir 7.2.1.1). Si la filtration pose des problèmes, diluer l'échantillon et procéder à une filtration sous pression.

Laver le gâteau de filtration avec environ 25 ml de la solution de lavage de nitrate (voir 6.7) en fractionnant la solution en plusieurs portions. Il est essentiel de ne pas aspirer à sec le gâteau de filtration, car ceci peut entraîner des résultats par excès, par exemple par contamination par l'air du laboratoire.

Placer le filtre humide et le gâteau de filtration dans le godet en quartz (voir 7.1.2) et poursuivre comme indiqué en 9.4.

Pour contrôler l'état complet de l'adsorption

- a) utiliser soit deux aliquotes d'échantillons différents et/ou différents niveaux de dilution, ou
- b) ajouter 50 mg de charbon actif après avoir terminé la première étape d'adsorption.

NOTE 1 Dans le cas a), il convient que les valeurs AOX des deux mesurages ne diffèrent pas de plus de 10 %. Dans le cas b), il convient que la valeur AOX obtenue par la deuxième étape d'adsorption ne dépasse pas 10 % de la valeur AOX obtenue par la première adsorption. L'adsorption peut être considérée comme complète si le COD (voir 3.2) de l'échantillon ne dépasse pas 10 mg/l.

NOTE 2 Dans le cas de concentrations élevées de chlorure qui ne peuvent pas être réduites par une dilution en raison de la réduction correspondante de la valeur en AOX (voir l'article 9), il est recommandé d'utiliser la méthode sur colonne (voir 9.3.2).

9.3.2 Méthode sur colonne

Ajouter 5 ml de solution mère de nitrate (voir 6.6) à l'échantillon d'essai (voir 9.2).

Vérifier que le Ph est inférieur à 2; sinon, ajouter de l'acide nitrique (voir 6.2).

Passer l'échantillon à travers les colonnes d'adsorption disposées en séries (voir 7.2.2) à un débit de 3 ml/min.

Laver les colonnes avec environ 25 ml de la solution de lavage de nitrate (voir 6.7) à un débit de 3 ml/min.

Procéder à la combustion du charbon actif humide et de la laine de céramique (utilisée pour retenir le charbon actif dans la colonne et pour la préfiltration de l'échantillon d'essai), séparément pour chaque colonne, ainsi qu'à la combustion du préfiltre si l'on en a utilisé un (voir 7.2.2), comme indiqué en 9.4.

Utiliser les résultats de l'AOX des deux colonnes pour vérifier l'intégralité de l'adsorption.

NOTE 1 Il est recommandé que la valeur de l'AOX de la seconde colonne ne dépasse pas 10 % de la valeur de l'AOX de la première colonne. Dans le cas contraire, recommencer l'opération. Il peut être nécessaire de diluer l'échantillon ou de procéder à des étapes d'adsorption supplémentaires. Si le COD de l'échantillon ne dépasse pas 10 mg/l, considérer que l'adsorption est complète. Dans certains cas (par exemple eaux de surface), une combustion commune du charbon actif des deux colonnes est recommandée.

NOTE 2 Un lavage avec une quantité de solution de lavage de nitrate (voir 6.7) supérieure à 25 ml diminue l'interférence due au chlorure, mais réduit également le rendement en AOX. Il convient que le rapport du laboratoire contienne une information appropriée, si le procédé a été ainsi modifié.

NOTE 3 Si les matières particulaires doivent être incluses dans la détermination, il est essentiel que celles-ci restent à l'extrémité supérieure de la colonne.

9.4 Combustion

La température de la chambre de combustion (voir 7.1.1) doit être d'au moins 950 °C. Choisir les autres paramètres de fonctionnement conformément aux indications du fabricant.

Connecter l'alimentation en gaz au tube de combustion et le tube de combustion à l'absorbeur (voir 7.1.4).

Éviter les refoulements d'acide sulfurique dans le tube de combustion qui peuvent être provoqués par une baisse de température ou une baisse de pression.

Régler le débit du gaz (voir 6.5) à environ 150 ml/min.

Introduire le godet en quartz (voir 7.1.2) dans la zone chauffée du tube en respectant les indications du fabricant.

NOTE Un certain nombre de variables expérimentales, telles que la quantité de charbon actif, le volume de l'échantillon d'essai (voir 9.2), les dimensions du four, le temps de séjour, la température de combustion et le réglage du débit du gaz (voir 6.5 et 9.4) dépendent du type de l'appareil et peuvent également influencer le résultat.

9.5 Essais de fonctionnement du mode opératoire

9.5.1 Vérification des appareils de mesure utilisés pour la détermination de la concentration en halogénures

Dans le cas d'une détermination microcoulométrique, vérifier l'appareil chaque jour dans la gamme de travail concernée. Pour cela, utiliser au moins une solution d'essai comme suit.

- À l'aide d'une seringue (voir 7.1.5), injecter entre 5 μ l et 8 μ l de solution d'acide chlorhydrique (voir 6.3) directement dans la cellule de titrage.
- Mesurer la quantité d'électricité mise en jeu au cours de cet essai.