NORME INTERNATIONALE

ISO 5815-2

Première édition 2003-04-01

Qualité de l'eau — Détermination de la demande biochimique en oxygène après n jours (DBO $_n$) —

Partie 2:

Méthode pour échantillons non dilués

iTeh STANDARD PREVIEW
Water quality — Determination of biochemical oxygen demand after n
(stdays (BQD, 1-s.iteh.ai)

Part 2: Method for undiluted samples
ISO 5815-2:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52ddfdcf-aa16-48bc-b4c6ce3eab853afb/iso-5815-2-2003



PDF - Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5815-2:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52ddfdcf-aa16-48bc-b4c6-ce3eab853afb/iso-5815-2-2003

© ISO 2003

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Somr	maire	Page
Avant-p	propos	iv
Introduction		v
1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Termes et définitions	2
4	Principe	2
5	Appareillage	2
6	Conservation de l'échantillon	3
7.1	Mode opératoire	3
	Calcul et expression des résultats	
9	Rapport d'essai	4
Annexe	Rapport d'essai A (informative) Périodes et températures alternatives	6
	B (informative) Modifications pour des évaluations spécifiques	
Annexe	C (informative) Justesse et fidélité	11
Bibliog	raphie <u>ISO 5815-2:2003</u> https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52ddfdcf-aa16-48bc-b4c6-	13

ce3eab853afb/iso-5815-2-2003

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 5815-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147. Qualité de l'eau, sous-comité SC 2, Méthodes physiques, chimiques et biochimiques.

Cette première édition de l'ISO 5815-2, ainsi que l'ISO 5815-1, annule et remplace l'ISO 5815:1989, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 5815 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général Qualité de l'eau — Détermination de la demande biochimique en oxygène après n'jours (DBO,):815-2-2003

- Partie 1: Méthode par dilution et ensemencement avec apport d'allylthiourée
- Partie 2: Méthode pour échantillons non dilués

L'ISO 5815-2 est équivalente à la Norme européenne EN 1899-2.

Introduction

La présente partie de l'ISO 5815 est destinée à l'analyse de la demande biochimique en oxygène (DBO) dans les eaux, pour une gamme de DBO de 0,5 mg/l à 6 mg/l d'oxygène.

Les durées d'incubation spécifiées dans la présente partie de l'ISO 5815 sont de 5 jours, comme dans l'ISO 5815:1989 et comme appliquées dans de nombreux pays européens, ou de 7 jours comme appliquées dans plusieurs pays nordiques durant de nombreuses années. Typiquement, une incubation de 7 jours fournira des résultats de DBO plus élevés que pour une durée d'incubation de 5 jours.

Avec une période d'incubation de 5 jours, il est possible d'éviter de travailler le week-end si les échantillons sont prélevés les mercredi, jeudi et vendredi. Avec une période d'incubation de 7 jours, les échantillons prélevés les cinq premiers jours de la semaine peuvent être analysés sans travailler le week-end. Pour cette raison, une incubation de 7 jours peut être considérée plus appropriée que l'incubation conventionnelle de 5 jours.

Une incubation de 7 jours, nouvelle et modifiée est décrite dans l'Annexe A. Les premières recherches indiquent que les résultats de DBO obtenus par cette méthode modifiée sont identiques aux résultats obtenus par la méthode de 5 jours décrite dans la présente partie de l'ISO 5815. Il est souhaité que plus de données comparatives sur ces deux méthodes d'incubation soient obtenues dans les prochaines années, afin que la méthode d'incubation de 7 jours modifiée soit complètement incluse lors de la révision de la présente partie de l'ISO 5815.

Pour la détermination de la DBQ_n des échantillons d'eaux la méthode respirométrique décrite dans l'ISO 9408 peut également être utilisée.

Dans la présente partie de l'ISO 5815, la limite de détermination, D_{\parallel} , est définie comme

$$D_{L} = t_{0,95(f)} \cdot 2 \cdot s_{B} \cdot \sqrt{1 + \frac{1}{n}}$$
 ce3eab853afb/iso-5815-2-2003 (1)

οù

s_B est l'écart-type d'une série;

 $t_{0.95(t)}$ est la valeur t de Student;

f est les degrés de liberté pour la détermination de $s_{\rm B}$;

n est le nombre d'analyses pour la détermination du blanc dans une série analytique ;

 $s_{\rm B}$ est calculé à partir des déterminations d'échantillons réels avec une DBO proche de la limite de détermination estimée $D_{\rm I}$.

Dans le cas où la méthode ne nécessite pas de correction du blanc, le terme

$$\sqrt{1 + \frac{1}{n}}$$
 est supprimé.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5815-2:2003 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52ddfdcf-aa16-48bc-b4c6-ce3eab853afb/iso-5815-2-2003

Qualité de l'eau — Détermination de la demande biochimique en oxygène après n jours (DBO $_n$) —

Partie 2:

Méthode pour échantillons non dilués

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente partie de l'ISO 5815 soient familières des pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 5815 ne prétend pas aborder tous les éventuels problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des pratiques de santé et de sécurité appropriées et de s'assurer de la conformité aux exigences réglementaires nationales.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5815 spécifie une méthode de détermination de la demande biochimique en oxygène (DBO) dans les eaux pour des échantillons non dilués. La méthode est applicable à tous les types d'eau dont la demande biochimique en oxygène est supérieure ou égale à la limite de détermination de 0,5 mg/l d'oxygène et ne dépasse pas 6 mg/l d'oxygène.

Les résultats obtenus sont le produit d'une combinaison de réactions biochimiques et chimiques. Ils ne possèdent pas le caractère exact et rigoureux tel que, par exemple, celui d'un processus chimique unique bien défini. Ils fournissent cependant une indication qui permet d'estimer la qualité des eaux.

L'analyse peut être influencee par la présence de substances diverses. Celles qui sont toxiques pour les micro-organismes telles que, par exemple, les bactéricides, les métaux toxiques ou le chlore libre, inhibent l'oxydation biochimique. La présence d'algues ou de micro-organismes nitrificateurs peut entraîner des résultats artificiellement élevés. Dans ces conditions, une modification de la méthode peut être nécessaire.

L'annexe A décrit des périodes d'incubation alternatives.

L'annexe B décrit des procédures pour la modification de la méthode par l'apport de substances d'ensemencement, de sels, d'allylthiourée (ATU) pour l'inhibition de la nitrification, par neutralisation, par homogénéisation et/ou par filtration. Ces modifications peuvent être nécessaires pour des évaluations spécifiques de la qualité de l'eau des milieux récepteurs.

L'Annexe C fournit des données de fidélité.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696:1987, Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai

ISO 5813:1983, Qualité de l'eau — Dosage de l'oxygène dissous — Méthode iodométrique

ISO 5814:1990, Qualité de l'eau — Dosage de l'oxygène dissous — Méthode électrochimique à la sonde

© ISO 2003 — Tous droits réservés

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

demande biochimique en oxygène après n jours DBO,

concentration en masse d'oxygène dissous consommé dans des conditions spécifiées par l'oxydation biochimique de matières organiques et/ou inorganiques dans l'eau. n est la durée d'incubation, égale à 5 jours ou 7 jours

NOTE 1 Cette définition est adaptée de l'ISO 6107-2.

NOTE 2 Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 5815, «oxydation biologique» a le même sens que «oxydation biochimique».

4 Principe

Il est absolument essentiel que les essais conduits selon la présente partie de l'ISO 5815 soient effectués par un personnel convenablement qualifié.

Amener la température de l'échantillon d'eau à analyser à 20 °C avec ensuite aération, si nécessaire. Incubation à 20 °C pour une période définie, 5 jours ou 7 jours dans l'obscurité, dans un flacon entièrement rempli et fermé. Détermination de la concentration en oxygène dissous avant et après incubation. Calcul de la masse d'oxygène consommée par litre d'échantillon. DARD PREVIEW

5 Appareillage

(standards.iteh.ai)

La verrerie utilisée doit être complètement propre et exempte de composés adsorbés toxiques ou de composés biodégradables et elle doit être protégée contre toute contamination.

5.1 Flacons d'incubation, flacons DBO, avec bouchons en verre, par exemple de 250 ml à 300 ml ou de 100 ml à 125 ml, de préférence cylindro-conique, ou récipients équivalents.

Il est important de nettoyer soigneusement les flacons avant leur utilisation. Si la méthode iodométrique (ISO 5813) pour déterminer l'oxygène dissous est utilisée, il est normalement suffisant de rincer le flacon plusieurs fois avec de l'eau du robinet et ensuite avec de l'eau déionisée. Cependant, si la méthode électrochimique (ISO 5814) est utilisée, un nettoyage plus strict est nécessaire, par exemple de la manière suivante: verser 5 ml à 10 ml d'une solution de lavage dans le flacon vide (par exemple 2,5 g d'iode et 12,5 g d'iodure de potassium par litre d'acide sulfurique à 1 % (fraction volumique), bien agiter afin de recouvrir les parois du flacon. Laisser reposer 15 min, jeter la solution, rincer soigneusement avec de l'eau du robinet et ensuite avec de l'eau déionisée.

- **5.2** Incubateur, pouvant être maintenu à (20 ± 2) °C.
- **5.3** Appareil pour la détermination de la concentration en oxygène dissous, conformément à l'ISO 5813 ou à l'ISO 5814.
- **5.4** Matériel de réfrigération de 0 °C à 4 °C, pour le transport et la conservation des échantillons.
- **5.5 Équipement pour l'aération**, une bouteille d'air sous pression ou un compresseur, par exemple.

La qualité de l'air doit être telle que l'aération n'entraîne aucune contamination, notamment par l'ajout de matières organiques, de substances oxydantes ou réductrices, ou de métaux. Si une contamination est suspectée, l'air doit être filtré et lavé.

6 Conservation de l'échantillon

Conserver l'échantillon immédiatement après le prélèvement dans un flacon rempli jusqu'aux bords, fermé hermétiquement, à une température comprise entre 0 °C et 4 °C jusqu'à réalisation de l'analyse. Commencer la détermination de la DBO, le plus tôt possible et dans les 24 h suivant la fin du prélèvement de l'échantillon.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des solutions d'essai

Porter l'échantillon d'essai à une température de (20 ± 2) °C et aérer si nécessaire. Dans le cas d'une aération, laisser reposer l'échantillon pendant 15 min. Éliminer les bulles d'air et la sursaturation possible en oxygène.

7.2 Détermination

7.2.1 Mesure de l'oxygène dissous en utilisant la méthode iodométrique (conformément à l'ISO 5813)

Remplir deux flacons d'incubation (5.1) avec chaque échantillon (7.1) en laissant légèrement déborder. Durant les opérations de remplissage, des précautions doivent être prises pour éviter une modification de la concentration en oxygène du milieu.

Éliminer les bulles d'air adhérant aux parois. Boucher les flacons en prenant soin de ne pas emprisonner de bulles d'air.

Répartir les flacons en deux séries, chacune comprenant un flacon de chaque échantillon.

Placer la première série de flacons dans l'incubateur (5.2) et laisser à l'obscurité pendant n jours \pm 4 h.

Dans la seconde série de flacons, mesurer la concentration en oxygène dissous dans chaque flacon au temps zéro après 15 min, en utilisant la méthode indiquée dans l'ISO 5813 et en ajoutant du nitrure au réactif nitrure-iodure alcalin.

ce3eab853afb/iso-5815-2-2003

Après incubation, déterminer la concentration en oxygène dissous dans chacun des flacons de la première série en utilisant la méthode indiquée dans l'ISO 5813.

7.2.2 Mesure de l'oxygène dissous en utilisant la méthode électrochimique à la sonde (conformément à l'ISO 5814)

Remplir un flacon d'incubation (5.1) avec chaque échantillon (7.1) en laissant légèrement déborder. Durant les opérations de remplissage, des précautions doivent être prises pour éviter une modification de la teneur en oxygène du milieu.

Éliminer toutes les bulles adhérant aux parois.

Mesurer la concentration en oxygène dissous dans chaque flacon au temps zéro en utilisant la méthode spécifiée dans l'ISO 5814.

Boucher les flacons en prenant soin de ne pas emprisonner de bulles d'air.

Placer les flacons dans l'incubateur (5.2) et laisser à l'obscurité pendant n jours \pm 4 h.

Après incubation, mesurer la concentration en oxygène dissous dans chaque flacon en utilisant la méthode spécifiée dans l'ISO 5814.

7.2.3 Analyse de contrôle

Pour chaque série de déterminations, effectuer au moins une double détermination d'un échantillon (DBO_{n1} , DBO_{n2}).

Reporter la différence relative (r_i) de chaque série (i) sur des cartes de contrôle de la qualité:

$$r_i = \frac{(\mathsf{DBO}_{n1} - \mathsf{DBO}_{n2}) \cdot 100}{0,5(\mathsf{DBO}_{n1} + \mathsf{DBO}_{n2})} \%$$
 (3)

οù

 DBO_{n1} est la première détermination de la DBO_n de l'échantillon;

 DBO_{n2} est la seconde détermination de la DBO_n de l'échantillon.

Considérer la limite supérieure de contrôle comme:

$$3,267 \ 8 \cdot \overline{r} \%$$

où \overline{r} est la valeur moyenne des valeurs r_i .

Le coefficient de variation de répétabilité (CV) est calculé comme suit:

$$CV = \frac{\overline{r}}{1.128} \% \tag{5}$$

Après incubation, il convient que la concentration en oxygène dissous résiduel soit d'au moins 2 mg/l. Il convient que la consommation en oxygène soit au moins égale à la limite de détermination de la DBO du laboratoire.

(standards.iteh.ai)

Il convient de veiller à prélever des échantillons représentatifs.

ISO 5815-2:2003

8 Calcul et expressionpdes résultats atalog/standards/sist/52ddfdcf-aa16-48bc-b4c6-ce3eab853afb/iso-5815-2-2003

Calculer la demande biochimique en oxygène après n jours (DBO $_n$), exprimée en milligrammes d'oxygène par litre, en utilisant l'équation

$$DBO_n = (\rho_1 - \rho_2) \tag{6}$$

οù

- ρ_1 est la concentration en oxygène dissous de l'échantillon d'essai au temps zéro, en milligrammes par litre;
- ρ_2 est la concentration en oxygène dissous de ce même échantillon d'essai après n jours, en milligrammes par litre.

Les résultats doivent être indiqués avec deux chiffres significatifs, par exemple 4,5 mg/l d'oxygène.

Les résultats des essais interlaboratoires sur la justesse et la fidélité des résultats sont donnés dans l'Annexe C.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 5815, c'est-à-dire l'ISO 5815-2;
- b) le nombre de jours d'incubation (n);

- c) les résultats en milligrammes par litre d'oxygène (reportés comme décrits à l'Article 8);
- d) pour les résultats inférieurs à la gamme de travail, des informations pour une limite de détermination appropriée;
- e) tous les détails particuliers, qui ont été constatés au cours de l'essai;
- f) les détails de toutes les opérations qui ne sont pas spécifiées dans la présente partie de l'ISO 5815, ou qui ont été considérées comme optionnelles, telles que l'aération (7.1), l'incubation alternative (DBO₂₊₅) (conformément à l'Annexe A) et les modifications telles que la congélation et l'homogénéisation (conformément à l'Annexe B).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5815-2:2003 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52ddfdcf-aa16-48bc-b4c6-ce3eab853afb/iso-5815-2-2003

5