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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9562:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f218232a-25e6-41b0-9046-90459ef99b0b/iso-9562-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f218232a-25e6-41b0-9046-90459ef99b0b/iso-9562-2004>



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 9562:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f218232a-25e6-41b0-9046-90459ef99b0b/iso-9562-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f218232a-25e6-41b0-9046-90459ef99b0b/iso-9562-2004>

© ISO 2004

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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Interférences	2
5 Principe	2
6 Réactifs	3
7 Appareillage	5
8 Échantillonnage et prétraitement des échantillons	6
9 Mode opératoire	7
10 Calculs	11
11 Fidélité	12
12 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Dosage des composés organiques halogénés adsorbables dissous après extraction sur phase solide (SPE-AOX) dans des eaux à teneur élevée en sel	13
Annexe B (informative) Manipulation du charbon actif	18
Annexe C (informative) Données statistiques de performance	19
Bibliographie	21

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 9562 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*. (standards.iteh.ai)

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 9562:1998), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f218232a-25e6-41b0-9046-90459ef99b0b/iso-9562-2004>

Introduction

Les composés organiques halogénés adsorbables (AOX) sont un paramètre d'analyse conventionnel. Il est utilisé à des fins de contrôle de la qualité de l'eau. Il représente la somme de composés organiques contenant du chlore, du brome et de l'iode (mais pas de fluor), pouvant être adsorbés sur charbon actif dans des conditions définies, y compris les composés associés à des matières en suspension si l'échantillon n'est pas filtré.

Il convient que l'utilisateur sache que des problèmes particuliers peuvent impliquer la spécification de conditions marginales supplémentaires.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9562:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f218232a-25e6-41b0-9046-90459ef99b0b/iso-9562-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f218232a-25e6-41b0-9046-90459ef99b0b/iso-9562-2004>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9562:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f218232a-25e6-41b0-9046-90459ef99b0b/iso-9562-2004>

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

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais menés conformément à la présente Norme internationale soient effectués par du personnel ayant les compétences requises.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour le dosage direct de la quantité de composés organiques contenant du chlore, du brome et de l'iode (exprimée en chlorure) adsorbables sur charbon actif en concentration régulière de plus de 10 µg/l dans l'eau.

La méthode est applicable aux échantillons d'essai (voir 9.2) présentant des concentrations en ions chlorure inorganiques inférieures à 1 g/l. Les échantillons présentant des concentrations supérieures sont dilués avant l'analyse.

La méthode est également applicable aux échantillons contenant des matières en suspension, où les halogènes sont adsorbés sur les matières solides (par exemple les halogénures insolubles). Une filtration de l'échantillon avant de procéder à l'analyse permet le dosage séparé des AOX dissous et des AOX particuliers.

Les échantillons filtrés contenant une teneur élevée en chlorure inorganique peuvent être analysés en utilisant une méthode modifiée [composés organiques halogénés adsorbables dissous après extraction sur phase solide (SPE-AOX) dans les eaux à teneur élevée en sel] (voir Annexe A). Cependant, les résultats obtenus par cette méthode modifiée peuvent différer significativement des résultats obtenus par la méthode requise.

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 1773:1997, *Verrerie de laboratoire — Fioles coniques et ballons à col étroit*

ISO 3696:1995, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

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

3.1 composés organiques halogénés adsorbables

AOX

quantité équivalente de chlore, de brome et d'iode contenus dans des composés organiques, exprimée en chlorure lorsqu'ils sont dosés selon 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 de porosité 0,45 µm, comprenant le cyanate et le thiocyanate

4 Interférences

4.1 La présence de chlore actif et de certains composés minéraux bromés et iodés irréversiblement liés au charbon actif peut entraîner des valeurs AOX élevées. Les réactions de ces agents oxydants avec les composés organiques de l'échantillon et avec le charbon actif peuvent être évitées par ajout de sulfite de sodium immédiatement après l'échantillonnage.

4.2 Au cours de la combustion, les composés organiques bromés et iodés peuvent se décomposer respectivement en brome et en iode élémentaires, ce qui peut entraîner des niveaux d'oxydation plus élevés de ces éléments. Il est possible que ces fractions d'AOX soient incomplètement dosées, entraînant ainsi des biais négatifs.

4.3 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.

4.4 Pour des échantillons dont la concentration en chlorure est élevée (environ 1 g/l), la méthode par agitation (9.3.2) peut entraîner des interférences plus importantes que la méthode sur colonne (9.3.4).

4.5 Les alcools, les composés aromatiques, ou les acides carboxyliques peuvent entraîner des biais négatifs (par exemple dans le cas de valeurs de COD supérieures à 100 mg/l).

4.6 Pour les échantillons contenant des matières en suspension, la méthode par mélange (9.3.3) peut entraîner un recouvrement insuffisant des particules. La méthode par agitation ou la méthode sur colonne sont recommandées, si ces particules contiennent des substances contribuant à l'AOX.

4.7 Le rendement de composés polaires et hydrophiles, tels que l'acide monochloroacétique, est incomplet.

5 Principe

Acidification de l'échantillon d'eau par de l'acide nitrique. Adsorption sur charbon actif des composés organiques contenus dans l'échantillon soit en utilisant la méthode par agitation, soit la méthode par mélange ou encore par adsorption sur colonne. Déplacement des halogénures minéraux par rinçage du charbon actif avec une solution de nitrate de sodium acidifiée avec de l'acide nitrique. Combustion du charbon chargé dans un courant d'oxygène. Absorption des halogénures d'hydrogène dans une solution réceptrice suivie d'un dosage des ions halogénure par titrage argentimétrique, par exemple par microcoulométrie. Expression du résultat en concentration en masse de chlorure.

6 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Le degré de pureté de l'eau, des réactifs et des gaz doit être vérifié.

La teneur en AOX doit être négligeable comparée à la teneur en AOX la plus faible à déterminer. La teneur totale en AOX de l'eau, des réactifs chimiques et des gaz peut être vérifiée en mesurant le blanc total (10.2).

6.1 Eau, de qualité 1, conformément à l'ISO 3696:1987.

6.2 Charbon actif, dont la manipulation est donnée dans l'Annexe B, pour l'une des trois méthodes mentionnées de 6.2.1 à 6.2.3.

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour la détermination de la capacité d'adsorption. L'une de ces méthodes est décrite dans la référence [1]. L'indice d'iode donne une indication sur la capacité d'adsorption du charbon actif. Selon la méthode donnée dans la référence [1], les indices d'iode doivent être supérieurs 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.

6.2.1 Charbon actif pour la méthode par agitation, de granulométrie d'environ 10 µm à 50 µm.

6.2.2 Charbon actif pour la méthode par mélange: des couches sont disponibles dans le commerce¹⁾.

6.2.3 Charbon actif pour la méthode sur colonne, de granulométrie d'environ 50 µm à 150 µm.

6.3 Acide nitrique, HNO₃.

6.3.1 Acide nitrique, concentré, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$, $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$.

6.3.2 Acide nitrique, dilué, $c(\text{HNO}_3) = 0,02 \text{ mol/l}$.

6.4 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,010 \text{ mol/l}$.

La molarité doit être exactement connue car l'acide est utilisé pour contrôler le microtitrage (9.5.1).

6.5 Acide sulfurique, H₂SO₄, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.

6.6 Gases de combustion, par exemple de l'oxygène (O₂), ou un mélange d'oxygène et de gaz inerte.

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

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 17 g de nitrate de sodium (NaNO₃) dans de l'eau (6.1), ajouter 25 ml d'acide nitrique concentré (6.3.1) et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Si elle est conservée dans un flacon en verre, la solution reste stable pendant trois mois.

1) Un produit qui convient, disponible dans le commerce, peut être obtenu auprès de: Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 10772 Berlin, Allemagne. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent au même résultat.

6.8 Nitrate, solution de lavage, $c(\text{NaNO}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$, $\text{pH} \approx 1,7$.

Pipetter 50 ml de la solution mère de nitrate (6.7) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

La solution est stable durant un mois si elle est conservée dans une bouteille en verre brun.

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

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 126 g de Na_2SO_3 dans de l'eau (6.1) et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

La solution est stable durant un mois si elle est conservée entre 2 °C et 8 °C.

6.10 4-Chlorophénol, solution mère, $\rho_{\text{Cl}}(\text{AOX}) = 200 \text{ mg/l}$.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 72,5 mg de 4-chlorophénol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{ClO}$) dans de l'eau (6.1) et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Pour des raisons de sécurité, il est recommandé d'utiliser des solutions disponibles dans le commerce.

Cette solution mère peut être conservée un mois de 2 °C à 8 °C dans un flacon en verre.

6.11 4-Chlorophénol, solution de travail, $\rho_{\text{Cl}}(\text{AOX}) = 1 \text{ mg/l}$.

Pipetter 5 ml de la solution mère de 4-chlorophénol (6.10) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Cette solution de travail peut être conservée une semaine entre 2 °C et 8 °C dans un flacon en verre.

6.12 Acide 2-chlorobenzoïque, solution mère, $\rho_{\text{Cl}}(\text{AOX}) = 250 \text{ mg/l}$.

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 (6.1).

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

Cette solution mère peut être conservée un mois de 2 °C à 8 °C dans un flacon en verre.

6.13 Acide 2-chlorobenzoïque, solution de travail, $\rho_{\text{Cl}}(\text{AOX}) = 1 \text{ mg/l}$.

Pipetter 4 ml de la solution mère d'acide 2-chlorobenzoïque (6.12) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Cette solution de travail peut être conservée une semaine entre 2 °C et 8 °C dans un flacon en verre.

6.14 Solutions étalons pour les vérifications, de l'ensemble du mode opératoire (9.5.2).

Pipetter, par exemple, 1 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml et 25 ml des solutions de travail (6.11 ou 6.13) dans cinq fioles jaugées de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

La concentration en masse d'AOX de ces solutions est respectivement de 10 µg/l, 50 µg/l, 100 µg/l, 200 µg/l et 250 µg/l.

Il convient de choisir la concentration de ces solutions de manière à couvrir la gamme totale de travail.

Les solutions étalons doivent être préparées quotidiennement.

6.15 Iodure de potassium (KI).

6.16 Solution d'amidon, ayant une fraction massique de 1 %.

7 Appareillage

7.1 Appareillage pour l'adsorption sur charbon actif.

7.1.1 Appareillage d'adsorption pour la méthode par agitation (9.3.2).

7.1.1.1 **Appareil de filtration**, par exemple avec un entonnoir à filtration, $V = 0,15$ l de capacité et 25 mm de diamètre.

7.1.1.2 **Membrane filtrante en polycarbonate**, par exemple d'un diamètre de 25 mm et d'une porosité de $0,45 \mu\text{m}$, ou matériel filtrant équivalent.

7.1.1.3 **Fiole conique**, 250 ml, par exemple conforme à l'ISO 1773.

7.1.1.4 **Agitateur mécanique**, pour les fioles spécifiées en 7.1.1.3, équipé par exemple d'une table à échantillons.

7.1.2 Appareillage d'adsorption pour la méthode par mélange (9.3.3).

7.1.2.1 **Fiole conique**, 100 ml, par exemple conforme à l'ISO 1773.

7.1.2.2 **Dispositif de fixation de la couche de charbon actif**, par exemple une bobine fixée au bouchon.

7.1.2.3 **Couche de charbon actif**, par exemple disques de $13 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$, fibre de charbon actif (100 % charbon/carbone), surface spécifique de $1600 \text{ m}^2/\text{g}$ masse de 25 mg (deux couches de charbon actif d'une masse totale de 50 mg sont utilisées pour chaque mesure).

7.1.2.4 **Dispositif de rinçage**, par exemple mélangeur magnétique avec un entonnoir à filtration cylindrique en verre pour la fixation de la couche de charbon actif.

7.1.3 Appareillage d'adsorption pour la méthode sur colonne (9.3.4).

Une pompe adéquate doit être installée, par exemple une pompe à piston équipée d'une colonne en PTFE et de deux colonnes d'absorption fixées verticalement l'une derrière l'autre, d'environ 3 mm de diamètre intérieur et de 40 mm à 50 mm de longueur. D'autres dimensions de colonnes sont permises. Il convient que chaque colonne soit remplie d'environ 50 mg de charbon actif. Verser l'échantillon par le sommet de la colonne et le faire descendre dans la colonne en utilisant la surpression.

7.1.3.1 **Laine de céramique**, ou matériau approprié équivalent, ne contenant pas d'halogènes, pour retenir le charbon actif dans les colonnes.

7.2 Appareillage pour la combustion et la détection.

7.2.1 **Appareillage de combustion**, consistant en un four pouvant être chauffé à au moins $950 \text{ }^\circ\text{C}$, équipé d'un tube en quartz de 2 cm à 4 cm de diamètre intérieur et d'environ 30 cm de longueur (voir exemple présenté à la Figure 1), le tube de combustion vertical et le tube horizontal sont tous deux courants.

7.2.2 **Creuset en quartz**, s'adaptant au tube en quartz.

7.2.3 **Dispositif de titrage argentimétrique**, pour la détermination des concentrations en halogénures, par exemple un microcoulomètre adapté au dosage d' $1 \mu\text{g}$ de chlorure (en valeur absolue) avec un coefficient de variation (répétabilité) inférieur ou égal à 10 %, ou dispositif équivalent (par exemple titrage avec une solution diluée d' AgNO_3) servant à doser les ions chlorure.