
**Qualité de l'eau — Dosage de l'oxygène
dissous — Méthode électrochimique à la
sonde**

*Water quality — Determination of dissolved oxygen —
Electrochemical probe method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5814:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-
b69bd7aae2b9/iso-5814-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5814:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Interférents	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage et mode opératoire d'analyse	3
7.1 Échantillonnage	3
7.2 Technique de mesure et précautions à prendre	3
7.3 Étalonnage	4
7.4 Dosage	4
8 Calcul et expression des résultats	5
8.1 Concentration en oxygène dissous	5
8.2 Oxygène dissous exprimé en pourcentage de saturation	5
9 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Données physico-chimiques de l'oxygène dans l'eau	7
Annexe B (informative) Données de performance	13
Bibliographie	15

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012>
 ISO 5814:2012

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 5814 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 5814:1990), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à la deuxième édition sont:

- a) un mode opératoire d'étalonnage utilisant de l'air saturé en eau est spécifié;
- b) le mode opératoire d'étalonnage utilisant de l'eau saturée en air est omis.

[ISO 5814:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012>

Qualité de l'eau — Dosage de l'oxygène dissous — Méthode électrochimique à la sonde

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 réalisés conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode électrochimique de dosage de l'oxygène dissous dans l'eau à l'aide d'une cellule électrochimique qui est isolée de l'échantillon par une membrane perméable aux gaz.

Le mesurage peut être fait soit en tant que concentration en oxygène, en milligrammes par litre, soit en tant que pourcentage de saturation (% d'oxygène dissous) ou les deux. La méthode mesure l'oxygène dans l'eau correspondant à un taux de saturation de 1 % à 100 %. Cependant la plupart des appareils permettent des mesurages de valeurs supérieures à 100 %, c'est-à-dire une sursaturation.

NOTE Une sursaturation peut se produire lorsque la pression partielle d'oxygène est supérieure à celle de l'air. En particulier dans le cas d'algues à croissance rapide, une sursaturation pouvant atteindre 200 % et plus est possible.

La méthode mesure l'oxygène dans l'eau avec une saturation supérieure à 100 %, lorsque des mesures spécifiques sont mises en œuvre pour empêcher le dégazage de l'oxygène pendant la manipulation et le mesurage de l'échantillon.

La méthode est utilisable pour les mesurages effectués sur le terrain et pour le contrôle permanent de l'oxygène dissous, ainsi que pour les mesurages en laboratoire. C'est la méthode à préférer pour les eaux fortement colorées et troubles, ainsi que pour l'analyse des eaux inadaptées à la méthode de titrage de Winkler en raison des substances fixant le fer et l'iode susceptibles d'interférer avec la méthode iodométrique spécifiée dans l'ISO 5813^[1].

La méthode est utilisable pour les eaux potables, les eaux naturelles, les eaux résiduaires et les eaux salines. Si elle est utilisée pour des eaux salines telles que les eaux de mers ou les eaux d'estuaires, une correction due à la salinité est essentielle.

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

3 Principe

Immersion d'une sonde, constituée d'une cellule fermée par une membrane sélective et contenant l'électrolyte et au moins deux électrodes métalliques, dans l'eau à analyser.

NOTE La membrane est parfaitement imperméable à l'eau et aux matières ioniques dissoutes, mais elle est perméable à l'oxygène et à un certain nombre d'autres gaz.

L'une des électrodes est constituée d'un métal noble tel que l'or ou le platine. L'oxygène est réduit à sa surface par un processus électrochimique. Pour que ce processus puisse avoir lieu, un potentiel électrochimique approprié est établi au niveau de cette électrode. Pour les sondes polarographiques, cela est réalisé en appliquant une tension externe au niveau d'une deuxième électrode. Les sondes galvaniques peuvent accumuler d'elles-mêmes le potentiel.

Le courant résultant de la réduction de l'oxygène est directement proportionnel à la vitesse de transport de l'oxygène à travers la membrane et la couche d'électrolyte. Il est donc également proportionnel à la pression partielle de l'oxygène dans l'échantillon à une température donnée.

La température exerce deux influences différentes. La première concerne la variation de la perméabilité aux gaz de la membrane en fonction de la température. Par conséquent, le signal primaire de la sonde doit être compensé avec un capteur de température intégré. Les appareils de fabrication récente sont capables de faire cela automatiquement. La deuxième est la température agissant sur les réactions de l'électrode.

Pour calculer le pourcentage de saturation des échantillons en contact avec une atmosphère, il est nécessaire de connaître la pression effective. Cela peut être effectué manuellement ou en installant un capteur de pression pour la compensation automatique. La salinité peut également exercer une influence.

4 Interférents

Les gaz et les vapeurs tels que le chlore, le sulfure d'hydrogène, les amines, l'ammoniac, le brome et l'iode qui se diffusent à travers la membrane peuvent interférer, s'ils sont présents, et affecter le courant mesuré.

D'autres substances présentes dans l'échantillon peuvent interférer avec le courant mesuré et provoquer une obstruction ou une détérioration de la membrane, ou encore une corrosion des électrodes. Ces substances comprennent les solvants, les huiles, les sulfures, les carbonates et les biofilms.

5 Réactifs

ISO 5814:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-669bd7aac269/iso-5814-2012>

Au cours de l'analyse, utiliser seulement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, de qualité 2, conformément à l'ISO 3696, facultativement de sources commerciales.

5.2 Sulfite de sodium, anhydre, Na_2SO_3 ou heptahydraté, $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

5.3 Sel de cobalt(II), par exemple chlorure de cobalt(II) hexahydraté, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

5.4 Gaz azote, N_2 , pur à 99,995 % (fraction volumique) ou plus.

6 Appareillage

6.1 Appareil de mesure, comprenant les éléments spécifiés en 6.1.1 et 6.1.2.

6.1.1 Sonde de mesure, soit de type galvanique (par exemple plomb/argent) soit de type polarographique (par exemple argent/or) avec, si nécessaire, un dispositif de compensation thermosensible.

6.1.2 Échelle de mesure, graduée directement en concentration d'oxygène dissous et/ou en pourcentage de saturation en oxygène.

6.2 Thermomètre, gradué en divisions d'au moins 0,5 °C.

NOTE En général, un capteur de température est intégré dans l'appareil (6.1).

6.3 Baromètre, gradué en divisions de 1 hPa.

NOTE En général, le baromètre est intégré dans l'appareil (6.1).

7 Échantillonnage et mode opératoire d'analyse

7.1 Échantillonnage

7.1.1 Généralités

Il convient de toujours manipuler les échantillons de sorte que le transfert de l'oxygène entre l'échantillon d'eau et l'air soit inhibé.

En principe, la concentration en oxygène doit être mesurée directement sur le site, dans la masse d'eau à analyser.

S'il est impossible d'effectuer directement le mesurage dans la masse d'eau, procéder au mesurage dans un dispositif à écoulement continu étanche aux gaz ou immédiatement après l'échantillonnage, sur un échantillon ponctuel.

Tout mode opératoire d'échantillonnage ponctuel produit une incertitude de mesure supérieure.

Pendant le remplissage du récipient d'échantillon au cours de l'échantillonnage, l'absorption ou le dégazage de l'oxygène doit être minimisé. L'échantillon doit être transféré sans heurt, c'est-à-dire en maintenant un écoulement laminaire.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.1.2 Échantillonnage par immersion (par exemple, eaux de surface)

Prélever l'échantillon en immergeant soigneusement et lentement le récipient d'échantillon.

7.1.3 Échantillonnage au robinet

[ISO 5814:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012>

Raccorder un tube de prélèvement inerte et étanche aux gaz au robinet et insérer le tube de prélèvement jusqu'au fond du récipient d'échantillon. Faire en sorte que le volume d'eau qui déborde corresponde à au moins trois fois la capacité du récipient.

7.1.4 Échantillonnage à la pompe

Il convient d'utiliser uniquement des pompes submersibles à refoulement d'eau. Les pompes à air comprimé ne sont pas appropriées. Remplir le récipient d'échantillon par le fond en utilisant un tube de prélèvement et évacuer l'eau en la faisant déborder. Pendant le transfert de l'échantillon, le débit volumique doit être contrôlé pour garantir un écoulement essentiellement laminaire. Faire en sorte que le volume d'eau qui déborde corresponde à au moins trois fois la capacité du récipient.

7.2 Technique de mesure et précautions à prendre

L'état du système de mesure doit être conforme aux instructions du fabricant. Par exemple:

- s'assurer que la membrane n'est pas endommagée;
- prévoir une durée de polarisation adéquate;
- étalonner le système, si nécessaire.

Lors du mesurage, vérifier que l'échantillon s'écoule devant la membrane à une vitesse suffisante, conformément aux instructions du fabricant. Pour ce faire, utiliser le débit naturel, le mouvement du capteur ou agiter avec un agitateur magnétique, par exemple. Cela permet d'empêcher toute perte de signal en raison de la consommation d'oxygène par le capteur.

Veiller à ce qu'il n'y ait pas de passage d'oxygène de la phase gazeuse vers l'échantillon ou inversement. Par conséquent, éviter la formation de bulles d'air dans les échantillons soumis au mesurage dans un récipient. En cas de mesurage sur site, ne pas produire de bulles d'air susceptibles d'affecter le signal.

Consulter les instructions du fabricant pour connaître les consignes de stockage et d'entretien de la sonde.

7.3 Étalonnage

7.3.1 Généralités

Le mode opératoire est décrit en 7.3.2 et 7.3.3. Il est toutefois nécessaire de consulter également les instructions du fabricant.

Il convient de contrôler l'étalonnage à saturation d'air tous les jours et après chaque modification appropriée des conditions ambiantes (c'est-à-dire température ou pression).

7.3.2 Vérification du zéro

Si nécessaire, vérifier et, si possible, ajuster le zéro de l'appareil en plongeant la sonde dans 1 l d'eau additionnée de l'équivalent de 1 g ou plus de sulfite de sodium (5.2) et d'environ 1 mg de sel de cobalt(II) (5.3) pour rendre l'eau exempte d'oxygène. La solution est utilisable après un temps de réaction adéquat.

Les sondes modernes permettent en général d'obtenir une réponse stable après 10 min à 15 min. Cependant, des sondes différentes peuvent présenter des temps de réponse différents et il convient de se conformer aux instructions du fabricant.

NOTE Le cobalt(II) est utilisé comme catalyseur de réduction de l'oxygène par le sulfite. Si possible, la vérification et le réglage du zéro peuvent également être effectués sous atmosphère d'azote pure.

7.3.3 Étalonnage à saturation

ISO 5814:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467->

Effectuer l'étalonnage dans un récipient approprié, conformément aux instructions du fabricant. Il est possible de réaliser un étalonnage simple et efficace dans l'air saturé en vapeur d'eau.

NOTE 1 Il existe de légères différences entre les courants de capteur dans l'eau et dans l'air. En raison de la géométrie du capteur, il existe une couche de diffusion dite indifférente qui entraîne une dépression du signal de ~2 %. Par conséquent, l'objectif de l'étalonnage est de 102 % dans l'air saturé en vapeur d'eau (se reporter aux instructions du fabricant). Cela correspond à 100 % de saturation dans l'eau.

Remplacer l'électrolyte et/ou la membrane lorsque l'appareil ne peut plus être étalonné ou lorsque la réponse devient instable ou lente (voir les instructions du fabricant).

NOTE 2 Le titrage de Winkler permet de vérifier les valeurs (voir l'ISO 5813^[1]).

7.3.4 Contrôle de linéarité

Il est nécessaire d'effectuer un contrôle de linéarité (effectué dans le laboratoire par rapport à l'essai Winkler) uniquement en cas de problème avec l'appareil. Dans ce cas, consulter les instructions du fabricant.

7.4 Dosage

Effectuer le dosage sur l'eau à analyser en respectant les instructions du fabricant.

Assurer une agitation suffisante de l'eau (voir 7.2).

Plonger entièrement la sonde de mesure dans l'échantillon et mettre en contact intensif la membrane et le capteur de température avec l'eau.

Surveiller les variables d'influence, à savoir la température de l'échantillon, la pression atmosphérique et la salinité de l'échantillon.

NOTE La plupart des appareils compensent l'influence de la température sur la sonde et tiennent compte de la pression atmosphérique pour calculer la valeur finale. En cas d'utilisation d'appareils non équipés de ces fonctions automatiques, l'influence de la température et de la pression doit être prise en compte par l'utilisateur. Pour information sur l'influence de la température, de la pression et de la salinité sur la solubilité de l'oxygène et la corrélation entre la conductivité et la salinité, voir l'Annexe A.

8 Calcul et expression des résultats

8.1 Concentration en oxygène dissous

Exprimer la concentration en oxygène dissous, en milligrammes d'oxygène par litre, et noter le résultat à la première décimale.

EXEMPLE 1 $\rho_{O_2} = 1,5 \text{ mg/l}$.

EXEMPLE 2 $\rho_{O_2} = 18,1 \text{ mg/l}$.

8.2 Oxygène dissous exprimé en pourcentage de saturation

La plupart des appareils sont équipés d'une fonction de calcul automatique. Si nécessaire, calculer le pourcentage de saturation en oxygène dissous dans l'eau, exprimé en pourcentage, w_{O_2} , comme suit:

$$w_{O_2} = \frac{\rho_{O_2}}{\rho_{O_2,s}} \times 100 \quad (1)$$

où

ρ_{O_2} est la concentration réelle, exprimée en milligrammes par litre, mg/l, en oxygène dissous dans un échantillon d'eau à une pression atmosphérique p , en hectopascals, hPa, et à une température de l'eau, θ , en degrés Celsius, °C;

$\rho_{O_2,s}$ est la concentration théorique, exprimée en milligrammes par litre, mg/l, en oxygène pour cet échantillon à la pression atmosphérique p et à la température, θ , si l'échantillon était saturé en air humide (solubilité, voir l'Annexe A).

Noter le résultat au nombre entier le plus proche. Donner la température de l'eau θ et la pression atmosphérique p lors du mesurage, ainsi que la salinité S de l'échantillon, si cette dernière a été prise en compte.

EXEMPLE 1

$$w_{O_2} = 3 \% \quad p = 1\,115 \text{ hPa}; \theta = 19,5 \text{ °C}; S = 35$$

EXEMPLE 2

$$w_{O_2} = 104 \% \quad p = 1\,005 \text{ hPa}; \theta = 22,1 \text{ °C}; S = 3$$

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- la méthode d'essai utilisée, ainsi qu'une référence à la présente Norme internationale (ISO 5814:2012);
- l'identité de l'échantillon d'eau;
- les conditions de mesure:
 - la température de l'eau lors du prélèvement de l'échantillon et lors du mesurage,

- la pression atmosphérique lors du prélèvement de l'échantillon et lors du mesurage,
 - la salinité de l'eau;
- d) le résultat, conformément à l'Article 8;
- e) toutes les circonstances susceptibles d'avoir influencé le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5814:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/528d64f7-9505-48c0-b467-b69bd7aae2b9/iso-5814-2012>

Annexe A (informative)

Données physico-chimiques de l'oxygène dans l'eau

A.1 Salinité et conductivité

Utiliser les valeurs du Tableau A.1 si le conductimètre utilisé ne mesure pas la salinité. Utiliser un conductimètre pour déterminer la conductivité à une température de référence (20 °C) puis utiliser le Tableau A.1 pour estimer la salinité au nombre entier le plus proche.

Si le conductimètre affiche uniquement la conductivité à une autre température de référence, la conductivité à 20 °C doit être calculée en utilisant un facteur de correction (voir l'ISO 7888^[2]).

Le Tableau A.1 a été calculé jusqu'à la conductivité de 5,4 S/m à partir des *Tables océanographiques internationales* (voir Référence [7]).

Tableau A.1 — Corrélation entre conductivité et salinité

Conductivité S/m ^b	Valeur de salinité ^a	Conductivité S/m ^b	Valeur de salinité ^a	Conductivité S/m ^b	Valeur de salinité ^a
0,5	3	2,0	13	3,5	25
0,6	4	2,1	14	3,6	25
0,7	4	2,2	15	3,7	26
0,8	5	2,3	15	3,8	27
0,9	6	2,4	16	3,9	28
1,0	6	2,5	17	4,0	29
1,1	7	2,6	18	4,2	30
1,2	8	2,7	18	4,4	32
1,3	8	2,8	19	4,6	33
1,4	9	2,9	20	4,8	35
1,5	10	3,0	21	5,0	37
1,6	10	3,1	22	5,2	38
1,7	11	3,2	22	5,4	40
1,8	12	3,3	23	—	—
1,9	13	3,4	24	—	—

^a Salinité déterminée d'après la conductivité à 20 °C.
^b 1 S/m = 10 mmhos/cm.

A.2 Pression atmosphérique et altitude

Le Tableau A.2 est utilisé pour déterminer la pression atmosphérique vraie à certaines altitudes. La correspondance s'appuie sur l'hypothèse selon laquelle la pression atmosphérique au niveau de la mer est de 1 013 hPa. Après avoir utilisé le Tableau A.2 ou, pour plus de précision, les services météorologiques régionaux pour obtenir la pression atmosphérique en fonction de l'altitude, saisir cette valeur dans l'appareil.

NOTE 1 Les valeurs données dans le Tableau A.2 sont des approximations obtenues d'après la formule atmosphérique internationale et peuvent différer des autres données obtenues à partir d'autres équations possibles.