
Qualité de l'eau — Dosage du carbone organique total (COT), carbone organique dissous (COD), azote lié total (TN_b) et azote lié dissous (DN_b) après combustion catalytique oxydante à haute température

Water quality — Determination of total organic carbon (TOC), dissolved organic carbon (DOC), total bound nitrogen (TN_b) and dissolved bound nitrogen (DN_b) after high temperature catalytic oxidative combustion

ISO 20236:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/092f649f-3d36-4b34-b0b7-695c8f0ff73d/iso-20236-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20236:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/092f649f-3d36-4b34-b0b7-695c8f0ff73d/iso-20236-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
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	1
4 Principe	2
5 Interférences	3
5.1 Généralités	3
5.2 COT ou COD	3
5.3 TN_b ou DN_b	4
6 Réactifs	4
7 Appareillage	6
8 Exigences de qualité pour le système analytique	8
8.1 Vérification du système	8
8.2 Récupération et variation de dosages répétés pour le contrôle du traitement des particules pour le COT et le TN_b	8
9 Échantillonnage et préparation des échantillons	9
10 Mode opératoire	9
10.1 Généralités	9
10.2 Étalonnage	10
10.3 Vérification de la validité de la fonction d'étalonnage	10
10.4 Mesurage	10
10.4.1 Généralités	10
10.4.2 Dosage	10
11 Évaluation	12
12 Expression des résultats	12
13 Rapport d'essai	12
Annexe A (normative) Dosage du COT et du CIT par la méthode par différence	13
Annexe B (informative) Données de performance pour le COT ou COD et le TN_b ou DN_b	16
Annexe C (informative) Techniques de détection alternatives pour le TN_b et le DN_b	18
Bibliographie	19

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

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

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le carbone organique total (COT), le carbone organique dissous (COD), l'azote lié total (TN_b) et l'azote lié dissous (DN_b) sont une convention analytique dont les résultats respectifs constituent des paramètres utilisés à des fins de contrôle de la qualité de l'eau. Ces paramètres représentent la somme du carbone sous forme organique ainsi que la somme de l'azote minéral et organique (en excluant l'azote gazeux), pouvant être dissouts dans l'eau ou liés à des matières dissoutes ou en suspension dans des conditions spécifiées ou, si l'échantillon n'est pas filtré, comprenant celles associées aux matières en suspension. Ces paramètres ne donnent aucune information concernant la nature des substances.

Les détails d'un essai interlaboratoires sur les données de performance pour le COT ou COD et le TN_b ou DN_b sont fournis en [Annexe B](#).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20236:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/092f649f-3d36-4b34-b0b7-695c8f0ff73d/iso-20236-2018>

Qualité de l'eau — Dosage du carbone organique total (COT), carbone organique dissous (COD), azote lié total (TN_b) et azote lié dissous (DN_b) après combustion catalytique oxydante à haute température

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de mettre en place des mesures de sécurité et d'hygiène appropriées.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais effectués conformément au présent document soient réalisés par du personnel ayant reçu une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage du carbone organique total (COT), du carbone organique dissous (COD), de l'azote lié total (TN_b) et de l'azote lié dissous (DN_b) sous la forme d'ammoniac libre, ammonium, nitrites, nitrates et composés organiques pouvant être convertis en oxydes d'azote dans les conditions décrites. La procédure est réalisée au moyen d'instruments.

NOTE Généralement, cette méthode peut s'appliquer au dosage du carbone total (CT) et du carbone inorganique total (CIT), voir [Annexe A](#).

Cette méthode s'applique aux échantillons d'eau (par exemple, eau destinée à la consommation humaine, eau brute, eau souterraine, eau de surface, eau de mer, eaux usées, lixiviats).

Cette méthode permet le dosage du COT et COD ≥ 1 mg/l et du TN_b et DN_b ≥ 1 mg/l. Le domaine d'analyse supérieur est restreint par les conditions liées aux instruments (par exemple, volume d'injection). Des concentrations supérieures peuvent être dosées après dilution adéquate de l'échantillon.

Pour les échantillons contenant des composés organiques volatils (par exemple, eaux résiduelles industrielles), la méthode par différence est utilisée, voir [Annexe A](#).

Les cyanures, les cyanates et les particules de carbone élémentaire (suie), s'ils sont présents dans l'échantillon, peuvent être dosés avec le carbone organique.

Cette méthode ne convient pas au dosage du carbone organique volatil ou purgeable dans les conditions décrites par la présente méthode.

L'azote gazeux dissous (N₂) n'est pas dosé.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse — Partie 1: Fonction linéaire d'étalonnage*

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>.

3.1

carbone total
CT

somme du carbone sous forme organique et inorganique présent dans l'eau, y compris le carbone élémentaire

3.2

carbone inorganique total
CIT

somme du carbone inorganique présent dans l'échantillon d'eau, mesurée dans les conditions de la présente méthode

Note 1 à l'article: Le CIT est mesuré sous forme de CO₂ provenant uniquement des carbonates, des hydrogénocarbonates et du dioxyde de carbone dissous.

3.3

carbone organique total
COT

somme du carbone organique présent dans l'eau, sous forme dissoute ou lié aux matières en suspension, y compris les cyanates, les thiocyanates et le carbone élémentaire mesurés dans les conditions de la présente méthode

Note 1 à l'article: Le dosage du carbone organique volatil ne peut pas être garanti à l'aide de la présente méthode.

Note 2 à l'article: Généralement, le COT comprend les composés organiques présents dans l'eau qui ne peuvent pas être purgés dans les conditions de la présente méthode, également appelés carbone organique non purgeable (CONP).

3.4

carbone organique dissous
COD

somme du carbone sous forme organique présent dans l'eau et provenant des composés passant à travers un filtre à membrane de porosité 0,45 µm, y compris les cyanates et les thiocyanates, mesurée dans les conditions de la présente méthode

3.5

azote lié total
TN_b

somme de l'azote sous forme organique et minérale présent dans l'eau ou les matières en suspension, mesurée dans les conditions de la présente méthode

3.6

azote lié dissous
DN_b

somme de l'azote sous forme organique et minérale présent dans l'eau et provenant des composés passant à travers un filtre à membrane (0,45 µm), mesurée dans les conditions de la présente méthode

4 Principe

Combustion thermique catalytique de l'échantillon contenant du carbone organique et de l'azote minéral et organique dans une atmosphère contenant de l'oxygène, à ≥ 680 °C pour le dosage du COT ou COD et ≥ 720 °C pour le dosage du TN_b ou DN_b.

Le dosage du COT ou COD est réalisé conformément à la méthode de mesure directe.

Avant la combustion, éliminer le carbone inorganique par acidification et purge à l'aide d'un gaz vecteur (6.7).

NOTE Le platine et le cérium (IV), par exemple, peuvent être utilisés comme catalyseurs de combustion. Le catalyseur permet d'accélérer le processus d'oxydation des constituants de l'eau contenant du carbone en excès d'oxygène afin de produire le dioxyde de carbone gazeux nécessaire pour le processus de détection. En fonction de la température de combustion et des températures dans la zone de combustion, différents catalyseurs peuvent être utilisés, par exemple métaux ou oxydes métalliques pour des températures > 680 °C ou alumine frittée pour des températures d'environ 1 200 °C, conformément aux vérifications de différents fournisseurs.

Oxydation du carbone organique (COT, COD) avec de l'oxygène ou de l'air synthétique en dioxyde de carbone. Détection à l'aide de la spectrométrie infrarouge (IR). Combustion de l'azote minéral et organique avec de l'oxygène ou de l'air synthétique et conversion en oxyde d'azote.

Réaction avec de l'ozone produisant des oxydes d'azote dans un état d'excitation électronique. Détection par chimiluminescence (CLD) (voir [Annexe C](#) pour un autre mode de détection).

Le présent document peut s'appliquer au dosage individuel ou simultané du COT ou COD et TN_b ou DN_b , par exemple en reliant le détecteur à infrarouge à un détecteur CLD en série.

Le contrôle de la qualité est nécessaire pour vérifier la validité de la fonction d'étalonnage (voir [10.3](#)). Des dosages répétés peuvent être nécessaires. La technique de l'ajout dosé peut être exigée si des interférences matricielles sont susceptibles de se produire (voir [5.3](#) et [10.4.2.1](#)).

5 Interférences

5.1 Généralités

Des interférences dans le dosage du COT ou COD et du TN_b ou DN_b peuvent avoir pour origine des effets mémoires. Des injections répétées sont nécessaires (voir [10.4.1](#)).

Les détergents, huiles et graisses peuvent avoir une influence sur la tension de surface de l'échantillon, entraînant des données erronées. La dilution de l'échantillon peut réduire ces risques.

Les échantillons dont les valeurs de pH sont extrêmes, les échantillons fortement tamponnés et les échantillons à teneur en sels élevée peuvent provoquer des interférences. Demander conseil au fabricant pour résoudre ces interférences.

Les matières en suspension peuvent entraîner une baisse de la qualité du résultat d'analyse. Si un échantillon homogénéisé contenant des matières en suspension produit des résultats obtenus à partir de mesurages répétés dont la dispersion est supérieure à 10 %, un résultat de COT ou TN_b ne peut pas être obtenu avec exactitude à partir de cet échantillon.

5.2 COT ou COD

Le carbone inorganique (par exemple, CO_2 ou ions d'acide carbonique) présent dans l'échantillon crée des interférences avec le dosage du COT ou COD. Le carbone inorganique est éliminé par acidification et purge à l'aide d'un gaz ne contenant pas de CO_2 ni de composés organiques avant le dosage du COT ou COD (voir [10.4.2.2](#) et [10.4.2.3](#)).

NOTE 1 Il est également possible d'appliquer la méthode par différence par dosage séparé du CT et du CIT (voir [Annexe A](#)). Le COT peut être calculé en retranchant le CIT du CT. Ce calcul fournit des résultats corrects uniquement en présence de concentrations négligeables de monoxyde de carbone, cyanures, cyanates et thiocyanates.

NOTE 2 Des substances volatiles contenant du carbone organique, telles que le benzène, le toluène, le cyclohexane et le chloroforme, peuvent s'échapper en partie lors de la purge (voir [10.4.2.2](#) et [10.4.2.3](#)). En présence de ces substances, la concentration en COT peut être déterminée séparément, par exemple en appliquant la méthode par différence (voir [Annexe A](#)).

5.3 TN_b ou DN_b

Des concentrations élevées de carbone organique dissous ou total (COD ou COT) peuvent entraîner de mauvais taux de récupération de TN_b ou DN_b . Les problèmes suspectés peuvent être identifiés en dosant l'azote avant et après une dilution adéquate, ou à l'aide des techniques de l'ajout dosé.

Les composés azotés organiques ne sont pas tous convertis quantitativement en oxyde d'azote par la procédure de combustion décrite, et donc en dioxyde d'azote par la réaction avec l'ozone. Les composés contenant des atomes d'azote à liaison double ou triple peuvent entraîner de mauvais taux de récupération. L'utilisation d'une fonction d'étalonnage déterminée conformément au 10.2 et l'application d'une solution mixte étalon d'azote II (6.9.3.4) peuvent entraîner un biais TN_b négatif pour les dosages d'ammonium-N (par exemple, solution de sulfate d'ammonium) et un biais positif pour les dosages de nitrate-N (par exemple, solution de nitrate de potassium).

6 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique, s'ils sont disponibles.

Sécher tous les réactifs solides pendant au moins 1 h à (105 ± 5) °C. Conserver le solide séché dans un dessiccateur avant le pesage.

NOTE Il n'est pas nécessaire de sécher la cellulose avant utilisation.

Préparer d'autres concentrations et volumes de solutions comme décrit ci-après, si nécessaire. On peut également utiliser des solutions mères de la concentration voulue disponibles dans le commerce.

Lors du dosage simultané du TN_b et du COT, un mélange approprié des solutions mères de COT et de TN_b à 1 000 mg/l (6.8.2 et 6.9.3.3) peut être utilisé pour la préparation des solutions étalons et d'étalonnage.

6.1 Eau.

Les teneurs en carbone et en azote lié dans l'eau utilisée pour la préparation des échantillons et des solutions doivent être suffisamment faibles pour être négligeables par rapport à la concentration la plus faible en COT et en TN_b à doser.

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

6.3 Acide chlorhydrique, $\omega(\text{HCl}) = 32$ %.

6.4 Acide nicotinique, $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$, $> 99,5$ %.

6.5 Solution mère de COT et TN_b pour vérification du matériel.

Introduire 8,793 g d'acide nicotinique (6.4) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Dissoudre et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

La solution contient 5 147 mg/l de carbone et 1 000 mg/l d'azote.

La solution est stable pendant 6 mois si elle est conservée à (3 ± 2) °C.

6.6 Solution à blanc.

Remplir une fiole jaugée de 100 ml avec de l'eau (6.1).

6.7 Gaz ou air synthétique, exempts d'impuretés avec influence du déterminant (par exemple, dioxyde de carbone, carbone organique, composés azotés).

Utiliser des gaz conformément aux spécifications du fabricant, par exemple de l'oxygène avec une fraction volumique de 99,7 %.

6.8 Réactifs pour le dosage du COT ou COD.

6.8.1 Hydrogénophthalate de potassium, $C_8H_5KO_4$.

6.8.2 Solution mère d'hydrogénophthalate de potassium, $\rho(C) = 1\,000\text{ mg/l}$.

Introduire 2,125 g d'hydrogénophthalate de potassium (6.8.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Dissoudre et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

La solution est stable pendant 6 mois si elle est conservée à $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$.

6.8.3 Solution étalon d'hydrogénophthalate de potassium, $\rho(C) = 100\text{ mg/l}$.

Transférer à la pipette 100 ml de solution étalon mère d'hydrogénophthalate de potassium (6.8.2) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau (6.1).

La solution est stable pendant un mois si elle est conservée à $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$.

6.8.4 Solutions d'étalonnage du COT et COD.

En fonction de la concentration de COT ou COD attendue dans l'échantillon, utiliser la solution étalon d'hydrogénophthalate de potassium (6.8.3) pour préparer cinq à dix solutions d'étalonnage réparties aussi uniformément que possible dans le domaine d'analyse attendu.

Procéder, par exemple, comme suit pour des concentrations comprises entre 1,0 mg/l C et 10 mg/l C.

Transférer à la pipette les volumes suivants dans une série de fioles jaugées de 100 ml: 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml, 5,0 ml, 6,0 ml, 7,0 ml, 8,0 ml, 9,0 ml ou 10,0 ml de la solution étalon d'hydrogénophthalate de potassium (6.8.3) et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Les concentrations de carbone dans ces solutions d'étalonnage sont les suivantes: 1 mg/l, 2 mg/l, 3 mg/l, 4 mg/l, 5 mg/l, 6 mg/l, 7 mg/l, 8 mg/l, 9 mg/l ou 10 mg/l, respectivement.

Préparer les solutions d'étalonnage le jour de l'emploi.

6.8.5 Solution d'acide chlorhydrique pour élimination du CIT, $c(\text{HCl}) = 3\text{ mol/l}$ par exemple.

6.8.6 Cellulose, $(C_6H_{10}O_5)_n$, microcristalline, de granulométrie comprise entre 0,02 mm et 0,1 mm.

6.8.6.1 Suspension d'essai de cellulose pour contrôle du traitement des particules, $\rho(C) = 100\text{ mg/l}$.

Introduire 225 mg de cellulose (6.8.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, humidifier au volume avec de l'eau (6.1), et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Le mélange est stable pendant 1 mois s'il est conservé à $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Homogénéiser la suspension à l'aide d'un agitateur magnétique jusqu'à homogénéisation de la suspension avant utilisation. Il convient de ne pas utiliser de traitement par ultrasons en raison de la diminution de la granulométrie qui en résulte.