



PROJET FINAL

Norme internationale

ISO/FDIS 20236

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

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

ISO/TC 147/SC 2

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2024-07-08

Vote clos le:
2024-09-02

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COM-MERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 20236

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/720e0cd0-4548-4315-b14c-fd56e36a2611/iso-20236>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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	2
4 Principe	3
5 Interférences	3
5.1 Généralités	3
5.2 COT ou COD	3
5.3 TNb ou DNb	4
6 Réactifs	4
7 Appareillage	7
8 Exigences de qualité pour le système analytique	8
8.1 Vérification du système	8
8.2 Contrôle du traitement des particules	8
9 Échantillonnage et préparation des échantillons	9
10 Mode opératoire	9
10.1 Généralités	9
10.2 Étalonnage	9
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 par la méthode par différence	13
Annexe B (informative) Données de performance pour le COT ou COD et le TNb ou DNb	16
Annexe C (informative) Techniques de détection alternatives pour le TNb et le DNb	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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

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 www.iso.org/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*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 230, *Analyse de l'eau*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 20236:2018), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes :

- élargissement de la méthode pour déterminer les concentrations < 1 mg/l de C et N ;
- mise à jour des références normatives ;
- élargissement de la méthode pour appliquer des solutions d'étalonnage monocomposant, par exemple basées sur le sulfate d'ammonium ou le nitrate de potassium ;
- ajout du [A.5](#) Rapport d'essai afin d'exiger le référencement des différentes méthodes dans le rapport d'essai.

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 (TNb) et l'azote lié dissous (DNb) sont une convention analytique dont les caractéristiques 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 abréviations COT, COD, TNb, DNb, CT et CIT désignent les valeurs déterminées par la méthode à haute température.

Les détails d'un essai interlaboratoires de validation avec les données de performance pour le COT ou COD et le TNb ou DNb, qui utilisent tous la méthode à haute température du présent document, sont donnés à l'[Annexe B](#).

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 20236

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/720e0cd0-4548-4315-b14c-fd56e36a2611/iso-20236>

Qualité de l'eau — Dosage du carbone organique total (COT), carbone organique dissous (COD), azote lié total (TNb) et azote lié dissous (DNb) 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 incombe à l'utilisateur de ce document d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

IMPORTANT — Il est indispensable que les essais menés selon le présent document soient effectués par un personnel adéquatement qualifié.

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 (TNb) et de l'azote lié dissous (DNb) sous la forme d'ammoniac libre, ammonium, nitrites, nitrates et composés organiques pouvant être convertis en oxydes d'azote dans des conditions spécifiques.

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.

L'azote gazeux dissous (N_2) n'est pas dosé.

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).

Le présent document est applicable au dosage du COT et $COD \geq 1$ mg/l et du TNb et DNb ≥ 1 mg/l. Le domaine de travail supérieur est restreint par les conditions liées aux appareils (par exemple, volume d'injection). Des concentrations supérieures peuvent être déterminées après dilution adéquate de l'échantillon. La détermination de concentrations < 1 mg/l dépend des conditions liées aux appareils et de l'application de l'étalonnage approprié.

Pour les échantillons contenant des composés organiques volatils (par exemple, eaux résiduelles industrielles), l'application de la méthode par différence peut être envisagée, voir [Annexe A](#).

Le mode opératoire est réalisé par une analyse automatisée.

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 mesuré

Note 1 à l'article: Le carbone total est défini comme mesuré dans les conditions de la méthode décrite dans le présent document.

3.2

carbone inorganique total

CIT

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

Note 1 à l'article: Le carbone inorganique total 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 une membrane filtrante 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

TNb

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

DNb

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

3.7

chimiluminescence

émission de lumière par un atome ou une molécule qui est dans un état excité du fait d'une réaction chimique

4 Principe

Combustion thermique catalytique du carbone organique et de l'azote inorganique 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 TNb ou DNb.

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, suivant les spécifications de différents fournisseurs.

Oxydation en dioxyde de carbone du carbone organique (COT, COD) en présence d'oxygène ou d'air synthétique puis détection du CO₂ formé par spectrométrie infrarouge (IR).

Combustion de l'azote inorganique et organique présent dans l'échantillon avec de l'oxygène ou de l'air synthétique et conversion en oxyde d'azote. La réaction avec de l'ozone produit des oxydes d'azote dans un état d'excitation électronique. Le monoxyde d'azote (NO) formé est détecté 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 TNb ou DNb, par exemple en reliant le détecteur à infrarouge à un détecteur à chimiluminescence en série.

Le contrôle de la qualité est nécessaire pour vérifier la validité de la fonction d'étalonnage (voir 10.3). Des mesurages répétés peuvent être nécessaires. La technique de l'ajout dosé peut être requis 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 TNb ou DNb 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 de l'appareil 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 d'injections d'aliquotes indépendantes dans différents flacons dont l'écart est supérieur à 10 %, un résultat de COT ou TNb ne peut pas être obtenu avec exactitude à partir de cet échantillon (voir [Annexe B](#)).

5.2 COT ou COD

Le carbone inorganique (par exemple, CO₂ 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 CO₂ 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 purgeable, 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 TNb ou DNb

Des charges élevées de COD ou COT peuvent entraîner de mauvais taux de récupération de TNb ou DNb. 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.

NOTE L'expression « charges élevées » ne peut pas être quantifiée car elle dépend généralement, par exemple, des propriétés de la matrice d'échantillon, de l'équipement utilisé ou du domaine de travail choisi.

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'application d'une fonction d'étalonnage déterminée conformément à [10.2](#) utilisant une solution mixte étalon d'azote II ([6.9.3.4](#)) peut entraîner un biais en TNb pour les solutions d'ammonium-N (par exemple, solution de sulfate d'ammonium) et pour les solutions de nitrate-N (par exemple, solution de nitrate de potassium). Dans ce cas, un seul étalon (sulfate d'ammonium ou nitrate de potassium) peut être utilisé.

L'utilisation d'acide sulfurique pour la conservation ou l'acidification des échantillons peut entraîner une baisse des résultats de TNb ou DNb lorsque les étalons ne sont pas acidifiés de la même manière que les échantillons.

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 TNb et du COT, la solution mère [6.5](#) ou un mélange approprié de solutions mères de COT et TNb à 1 000 mg/l ([6.5](#) ou [6.8.2](#) avec [6.9.3.1](#) ou [6.9.3.2](#) ou [6.9.3.3](#)) peut être utilisé pour la préparation des solutions étalons, d'étalonnage et de vérification du système.

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 TNb à déterminer.

6.2 Acide sulfurique, (H_2SO_4) $\rho = 1,84$ g/ml.

6.3 Acide chlorhydrique, (HCl) $\omega = 30\%$ à 32% .

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

6.5 Solution mère de COT et TNb pour vérification du système.

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](#)).