

Demande chimique en oxygène (ampoules DCO)

DCO LR : 0 - 150 mg/l
DCO HR : 0 - 1 500 mg/l
DCO HR+ : 0 - 15 000 mg/l

INFORMATIONS RELATIVES À LA SÉCURITÉ

Les ampoules de réactif pour DCO contiennent de l'acide sulfurique susceptible d'engendrer de graves brûlures. Lire la fiche de données de sécurité (disponible sur le site www.chemetrics.com) avant utilisation. Porter un équipement de protection individuelle approprié. Réaliser cette procédure d'analyse en portant une cagoule.

MÉTHODE D'ANALYSE

La demande chimique en oxygène est une mesure de la charge organique oxydable d'un échantillon d'eau usée. Une réaction est provoquée dans l'échantillon avec une solution acide de dichromate de potassium en présence d'un catalyseur (argent), puis l'échantillon est laissé pour digestion pendant deux heures à une température de 150 °C. Les composés organiques oxydables réduisent l'ion dichromate ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) en ion chromique (Cr^{3+}). Dans les kits d'analyse DCO LR, la réduction de l'ion dichromate est mesurée de manière colorimétrique. Dans les kits d'analyse DCO HR et HR+, la quantité d'ions chromiques produite est mesurée. Les résultats d'analyse sont exprimés par le nombre de milligrammes d'oxygène consommés par litre d'échantillon (mg/litre DCO).

OPTIONS POUR OBTENIR LES RÉSULTATS DES TESTS

- Utiliser les instruments préprogrammés CHEMetrics ou Hach¹ pour une lecture directe. Suivre les procédures de réglage et de mesure du manuel d'utilisation de l'instrument.
- Utiliser l'équation d'étalonnage fournie (étape 12 de la procédure d'analyse) pour les spectrophotomètres d'autres marques.
- Générer une courbe d'étalonnage standard spécifique à l'instrument utilisé en préparant une série de cinq solutions standard (dont une solution témoin) qui couvre toute la gamme prévue de l'analyse.

REMARQUE : Des solutions standard de DCO sont utilisées pour vérifier l'exactitude de l'analyse pour générer une courbe d'étalonnage spécifique à l'instrument.

¹ Hach Company ne garantit pas l'exactitude des étalonnages qu'elle fournit lorsque ces derniers sont appliqués à des réactifs qui ne lui appartiennent pas.

PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS

Prélever les échantillons dans des flacons en verre. Lorsqu'il est nécessaire de stocker les échantillons, acidifier à un $\text{pH} \leq 2$ avec de l'acide sulfurique concentré. Stocker les échantillons préservés à une température de 4 °C pendant 28 jours au maximum suivant le prélèvement.

PROCÉDURE D'ANALYSE

1. Homogénéiser 500 ml d'échantillon pendant deux minutes dans un mélangeur.

REMARQUE : le mélange garantit une répartition équitable des solides susceptibles d'être présents dans l'échantillon, améliorant ainsi l'exactitude et la reproductibilité de l'analyse.

2. Préchauffer la chambre de digestion à 150 °C.
3. Retirer le bouchon d'une ampoule de DCO.
4. À l'aide d'une pipette, ajouter 2 ml (0,20 ml pour DCO HR+) d'échantillon dans l'ampoule. Le contenu de l'ampoule devient chaud.
5. Fixez le bouchon sur l'ampoule de la DCO. Ne le serrez pas trop fort, car cela pourrait compromettre l'intégrité de la fermeture.
6. Retourner immédiatement l'ampoule 10 fois pour bien mélanger.
Attention : tenir l'ampoule par le bouchon uniquement pendant le mélange. Le contenu de l'ampoule devient très chaud.
7. Essuyer l'ampoule avec une serviette humide et la placer dans la chambre de digestion préchauffée.
8. Préparer la solution témoin en répétant les étapes 3 à 7, en utilisant plutôt de l'eau déionisée que l'échantillon à l'étape 4.
REMARQUE : il convient d'ajouter au moins une ampoule de solution témoin à chaque lot d'échantillons et à chaque nouveau numéro de lot d'ampoules de DCO. Utiliser une ampoule de solution témoin provenant du même lot que les ampoules de DCO de l'analyse.
9. Laisser les ampoules chauffer dans la chambre de digestion à 150 °C pendant 2 heures.
10. Éteindre la chambre de digestion et laisser refroidir les ampoules dans la chambre pendant 15 à 20 minutes.
11. Faire preuve de vigilance, car les ampoules en verre sont toujours **très chaudes**. Retirer soigneusement chaque ampoule de la chambre de digestion, en s'assurant que chaque bouchon est bien fermé, puis tourner chaque ampoule plusieurs fois, puis les placer sur un support pour les laisser refroidir. Stocker les ampoules dans le noir et les laisser refroidir au moins 30 minutes à température ambiante. Si les ampoules de DCO ne sont pas refroidies à la température ambiante, la précision des résultats d'essai peut être compromise.

ATTENTION : les ampoules chaudes risquent d'éclater si elles tombent ou si elles sont refroidies trop rapidement.

12. Pour la configuration des instruments lorsque vous utilisez des instruments CHEMetrics ou Hach préprogrammés, reportez-vous au manuel d'utilisation de l'instrument. Pour les spectrophotomètres d'autres marques, utilisez les informations suivantes:

Gamme, mg/l	Longueur d'onde	Étalonnage Équation
DCO LR	420	ppm (mg/l) = (-331) (abs.) -0.6
DCO HR	620	ppm (mg/l) = (2 301) (abs.) -3
DCO HR+	620	ppm (mg/l) = (23 010) (abs.) -3

13. Essuyer l'extérieur de l'ampoule de solution témoin jusqu'à ce qu'il soit propre et sec. Positionner l'ampoule de solution témoin dans le compartiment à échantillon de l'instrument à zéro ou réglez le blanc de réactif.
14. Essuyer l'extérieur de l'ampoule de DCO d'analyse jusqu'à ce qu'il soit propre et sec. Placer l'ampoule dans le compartiment à échantillon de l'instrument pour lire les résultats d'analyse.
- REMARQUE :** Pour utiliser les ampoules de DCO HR+ avec le photomètre V-2000 ou le dispositif de mesure DCO HR A-7325, multiplier la puissance du photomètre par 10 pour obtenir le résultat d'analyse exact. Ceci est indispensable pour tout photomètre à lecture directe qui utilise le même programme pour les ampoules DCO HR et HR+.
15. Le cas échéant, utiliser l'équation d'étalonnage spécifique à la gamme à l'étape 12 pour convertir les valeurs d'absorbance en résultats d'analyse en mg/l de DCO.

SOURCES D'ERREUR

Les réactifs pour DCO LR et DCO HR contenant du mercure sont formulés pour résister aux interférences dues à un maximum de 2 000 ppm de chlorure. Le réactif pour DCO HR+ contenant du mercure peut être utilisé sur des échantillons contenant jusqu'à 20 000 ppm de chlorure sans interférence. Les échantillons ayant des concentrations en chlorure supérieures nécessitent une dilution. De même, les échantillons contenant des niveaux élevés de chlorure (> 1 000 ppm) et des niveaux faibles de DCO (< 30 % de la gamme du produit) engendreront des résultats d'analyse faux positifs. Dans ce cas, la dilution de l'échantillon est recommandée.

Les réactifs pour DCO LR et DCO HR sans mercure sont disponibles pour les échantillons contenant moins de 100 ppm de chlorure (moins de 1 000 ppm pour le kit DCO HR+ sans mercure).

Le choix du kit d'analyse de la concentration en DCO avec la gamme appropriée est important. Si la concentration en DCO de l'échantillon est considérablement supérieure à la gamme du kit d'analyse utilisé, il est possible d'obtenir des résultats d'analyse erronés faibles.

Le réactif pour DCO est photosensible. Stocker les ampoules dans le noir et à température ambiante lorsqu'elles ne sont pas utilisées.

Pour obtenir des résultats précis, une bonne technique et l'élimination de toute contamination sont nécessaires. Laver tous les récipients en verre avec de l'acide sulfurique à 20 %.

En ce qui concerne les tests de DCO, les photomètres à DEL ne sont pas aussi exacts, précis et sensibles que les spectrophotomètres. Pour établir les rapports destinés au NPDES concernant le DCO, un spectrophotomètre est la méthode de mesure préférée.

RÉFÉRENCES

Méthodes APHA standards, 22^e éd., Méthode 5220 D - 1997.

ASTM D 1252-06, Concentration de la demande chimique en oxygène (demande en oxygène dichromate) dans l'eau, Méthode d'analyse B.

Méthodes EPA d'analyse de l'eau et des déchets, Méthode 410,4 (1983).

A. M. Jirka et M. J. Carter, « Micro Semi-Automated Analysis of Surface and Wastewaters for Chemical Oxygen Demand », chimie analytique, Vol. 47, p. 1397 (1975).

J. A. Winter, « Method Research Study 3, Demand Analysis, An Evaluation of Analytical Methods for Water and Wastewater », USEPA, (1971).

