

# 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](http://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 ( $\text{Cr}^{3+}$ ). 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).

## RÉFÉRENCES

Méthodes APHA standards, 22<sup>e</sup> 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).

## 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.

## ÉTALONNAGE ET VÉRIFICATION DE L'EXACTITUDE

1. Pour obtenir les résultats d'analyse en mg/litre de DCO :

- Utiliser les instruments préprogrammés CHEMetrics ou Hach<sup>1</sup> 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 couvrent toute la gamme prévue de l'analyse.

2. Des solutions standard de DCO (voir Informations de réapprovisionnement) sont utilisées pour vérifier l'exactitude de l'analyse pour générer une courbe d'étalonnage spécifique à l'instrument.

<sup>1</sup> 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. Replacer le bouchon sur l'ampoule de DCO, en le fermant correctement.
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. Retourner chaque ampoule plusieurs fois, puis les placer sur un support pour les laisser refroidir à température ambiante. Laisser les ampoules refroidir au moins 30 minutes. Stocker les ampoules dans le noir pendant la phase de refroidissement.

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

12. Le cas échéant, suivre les procédures spécifiques à l'instrument pour sélectionner la longueur d'onde et réinitialiser le spectrophotomètre.

| Gamme, mg/l | Longueur d'onde | Étalonnage Équation           |
|-------------|-----------------|-------------------------------|
| 0 - 150     | 420             | ppm (mg/l) = -337,1 (abs.)    |
| 0 - 1 500   | 620             | ppm (mg/l) = 2 301 (abs.) -3  |
| 0 - 15 000  | 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. Cette solution témoin est utilisée pour réinitialiser l'instrument.
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.
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.



[www.chemetrics.com](http://www.chemetrics.com)  
4295 Catlett Road, Midland, VA 22728 États-Unis  
E-mail : [orders@chemetrics.com](mailto:orders@chemetrics.com)  
Octobre 2014, Rév. 29