

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,
DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,
DE LA FAUNE ET DES PARCS

Méthode d'analyse

MA. 315 – DBO 1.1

2023-02-14 (révision 6)

Détermination de la demande biochimique
en oxygène : méthode électrométrique

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par la Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (DGCSCEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document :

Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs

675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2023

Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN 978-2-550-93921-4 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2023

TABLE DES MATIÈRES

Introduction1

1.	Domaine d'application	2
2.	Principe et théorie	2
3.	Interférence	2
4.	Prélèvement et conservation	2
5.	Matériel et appareillage	2
6.	Réactifs et étalons	3
7.	Protocole d'analyse	4
7.1	Préparation et prétraitement des échantillons	4
7.2	Calibration de l'électrode à oxygène	5
7.3	Dosage	5
7.4	Préparation spéciale de la verrerie	6
8.	Calcul et expression des résultats	6
9.	Critères d'acceptabilité	6
10.	Bibliographie	6

Introduction

La détermination de la demande biochimique en oxygène est exigée dans les règlements suivants : Règlement sur les attestations d'assainissement en milieu industriel, Règlement sur l'enfouissement et l'incinération des matières résiduelles, Règlement sur l'évacuation et le traitement des eaux usées de résidences isolées et Règlement sur les fabriques de pâtes et papiers. La détermination de la partie carbonée de la demande biochimique en oxygène est exigée dans le Règlement sur les ouvrages municipaux d'assainissement des eaux usées.

Cette méthode est tirée de la méthode 5-Day BOD test de *Standard Methods for the examination of water and wastewater*.

1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 315 – DBO 1.1 sert à déterminer la demande biochimique en oxygène dans les effluents industriels.

La limite de détection rapportée est de 1 mg/l O₂ et le domaine d'application se situe entre 1 mg/l O₂ et 11 mg/l O₂ lors de l'utilisation de 200 ml d'échantillon. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en utilisant des volumes d'échantillons plus petits.

2. Principe et théorie

La méthode consiste à déterminer la quantité d'oxygène consommée par la matière oxydable à l'aide de bactéries pendant une période de cinq jours d'incubation à une température de 20 °C. La consommation d'oxygène de l'échantillon provient de la dégradation des molécules organiques et de l'oxydation des molécules inorganiques comme les sulfures, les ions ferreux et les différentes formes de composés azotés. Une étude a démontré qu'un ensemencement commercial (p. ex., Polyseed) ne peut être utilisé avec des échantillons qui ont été congelés. Dans ce cas, l'ensemencement naturel composé de l'affluent décanté d'une usine d'épuration doit être utilisé.

Afin d'équilibrer la quantité de matières oxydables et d'oxygène disponible, un volume approprié d'échantillon est placé dans une bouteille en verre de 300 ml en présence de bactéries et de substances nutritives. La concentration de l'oxygène dissous est mesurée par électrométrie au début et à la fin de la période d'incubation. La quantité d'oxygène consommée est proportionnelle à la concentration de matières oxydables.

La DBO₅ carbonée est la mesure de la DBO₅ obtenue après l'ajout d'un inhibiteur de bactéries nitrifiantes.

3. Interférence

La présence d'une grande quantité de certains métaux (chrome, cuivre, mercure, nickel, plomb, zinc), de bactéricides (phénols, formaldéhyde, chlore, cyanures) ou de chlore résiduel conduisent à une sous-estimation de la DBO₅. Aucune vérification systématique des interférences n'est faite.

4. Prélèvement et conservation

Prélever un volume d'un litre d'échantillon représentatif dans un contenant de plastique exempt de contaminants.

Aucun agent de conservation n'est ajouté à l'échantillon. Celui-ci se conserve pendant 48 heures en le réfrigérant entre 1 °C et 6 °C ou pendant six mois en le congelant à une température d'environ -15 °C.

5. Matériel et appareillage

- 5.1 Incubateur pourvu d'un régulateur thermostatique réglé à une température de 20 °C ± 1 °C
- 5.2 Bouteilles à D.B.O. d'une capacité de 300 ml, munies d'un bouchon à joint rodé et d'un capuchon de polyéthylène

- 5.3 Électrode munie d'un capteur à luminescence pour oxygène dissous avec système d'agitation intégré
- 5.4 Aérateur
- 5.5 Cuillère calibrée à environ 0,16 g

6. Réactifs et étalons

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS. L'eau utilisée pour la préparation des réactifs est de l'eau distillée ou déminéralisée.

À moins d'indications contraires, les solutions préparées peuvent se conserver indéfiniment à la température ambiante. Cependant, elles doivent être refaites si un changement de couleur est noté ou s'il y a formation d'un précipité.

- 6.1. Acide sulfurique, H_2SO_4 (CAS n° 7664-93-9)
- 6.2. Chlorure d'ammonium, NH_4Cl (CAS n° 12125-02-9)
- 6.3. Chlorure de calcium anhydre, $CaCl_2$ (CAS n° 10043-52-4)
- 6.4. Chlorure ferrique, $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (CAS n° 10025-77-1)
- 6.5. Hydroxyde de sodium, $NaOH$ (CAS n° 1310-73-2)
- 6.6. Phosphate de potassium monobasique, KH_2PO_4 (CAS n° 7778-77-0)
- 6.7. Phosphate de potassium dibasique, K_2HPO_4 (CAS n° 7758-11-4)
- 6.8. Phosphate de sodium dibasique, $Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$ (CAS n° 7782-85-6)
- 6.9. Sulfate de magnésium, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ (CAS n° 10034-99-8)
- 6.10. Sulfite de sodium, Na_2SO_3 (CAS n° 7757-83-7)
- 6.11. 2-chloro-6-(trichlorométhyl) pyridine (TCMP) (CAS n° 1929-82-4)

NOTE : L'utilisation du TCMP mélangé avec des substances inertes acheté commercialement est favorisée.

- 6.12. Affluent d'une usine d'épuration (semence bactérienne)

Cet affluent se conserve environ deux semaines à environ 4 °C. Filtrer sur de l'étamine à fromage (coton à fromage) lors de l'utilisation.

- 6.13. Solution de sulfate de magnésium

Peser précisément environ 22,5 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ et dissoudre dans environ 800 ml d'eau. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

- 6.14. Solution de chlorure de calcium

Peser précisément environ 27,5 g de $CaCl_2$ anhydre et dissoudre dans environ 800 ml d'eau. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.15. Solution de chlorure ferrique

Peser précisément environ 0,25 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ et dissoudre dans environ 800 ml d'eau. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.16. Solution tampon de phosphate

Peser précisément environ 8,5 g de KH_2PO_4 , 21,75 g de K_2HPO_4 , 33,4 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ et 1,7 g de NH_4Cl , puis dissoudre dans environ 800 ml d'eau. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Le pH de ce tampon doit se situer aux environs de 7,2.

6.17. Solution de sulfite de sodium

Peser précisément environ 1,575 g de Na_2SO_3 et dissoudre dans environ 800 ml d'eau. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve 24 heures.

6.18. Eau de dilution

Incuber une cruche contenant de l'eau distillée, à 20 °C, pendant une nuit. Introduire ensuite l'équivalent de 1 ml/litre d'eau de chacune des solutions suivantes : solution tampon de phosphate, solution de sulfate de magnésium, solution de chlorure de calcium et solution de chlorure ferrique. Saturer cette eau en oxygène en y faisant barboter de l'air à grand débit avec un aérateur pendant une heure pour un volume de 10 litres ou deux heures pour un volume de 20 litres.

Cette solution doit être préparée à chaque utilisation.

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie* (document DR-12-SCA-01) sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments d'assurance et de contrôle de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1 Préparation et prétraitement des échantillons

7.1.1 Acides ou bases

Homogénéiser l'échantillon et ajuster le pH d'une portion de chaque échantillon à 7 ± 1 au moyen d'une solution de NaOH ou de H_2SO_4 de concentration appropriée.

7.1.2 Chlore résiduel

Lorsque l'on soupçonne la présence de chlore dans l'échantillon, celui-ci est traité en ajoutant du sulfite de sodium.

Homogénéiser l'échantillon et ajouter 1 ml de la solution de sulfite de sodium par 250 ml d'échantillon. Vérifier la présence de chlore. Ajouter, si nécessaire, la solution de sulfite de sodium jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de chlore.

7.1.3 Filtration pour DBO₅ dissous

Lors de la demande de la DBO₅ dissous, filtrer une portion de l'échantillon sur un filtre de 0,45 µm.

7.2 Calibration de l'électrode à oxygène

Effectuer la calibration de l'électrode à chaque utilisation en suivant les indications fournies par le fabricant.

7.3 Dosage

Le volume d'échantillon à ajouter dans les bouteilles est évalué à partir du résultat de la demande chimique en oxygène (DCO).

- Homogénéiser l'échantillon qui a été préparé selon les étapes 7.1.1 à 7.1.3 et effectuer les dilutions nécessaires. S'il faut mesurer moins de 3 ml, faire une dilution 1/10, 1/100, etc., et mesurer en conséquence. Par exemple, prendre 20 ml d'une dilution par 100, au lieu de pipetter 0,2 ml de l'échantillon nature.

NOTE : Pour l'analyse de la DBO₅ carbonée, remplir la bouteille aux deux tiers avec l'eau de dilution et ajouter une cuillère d'environ 0,16 g de TCMP dans chacune des bouteilles (incluant les bouteilles contenant le blanc avec la semence bactérienne et les bouteilles d'échantillons de contrôle).

- Ajouter 2 ml de la solution de semence bactérienne et compléter à 300 ml avec de l'eau de dilution. De la même façon, préparer des solutions témoins contenant uniquement de l'eau de dilution ainsi que des solutions témoins contenant de l'eau de dilution et 2 ml de la solution de semence bactérienne.
- Attendre environ 10 minutes avant de prendre la première lecture.
- Mesurer l'oxygène dissous.
- Boucher hermétiquement la bouteille avec le bouchon de verre à joint rodé et s'assurer qu'il n'y a pas de bulles d'air. S'assurer qu'il y a un surplus d'eau dans le goulot évasé de la bouteille.
- Presser un capuchon de polyéthylène sur le goulot de la bouteille pour prévenir l'évaporation pendant l'incubation.
- Vider complètement la cruche d'eau de dilution et la rincer deux ou trois fois à l'eau distillée, puis la ranger à l'envers. Aussi, rincer la tige de verre de l'aérateur avant de la ranger.
- Rincer soigneusement la vaisselle utilisée pour la semence bactérienne.
- Après cinq jours, sortir les échantillons, les solutions témoins et la solution étalon de l'incubateur.
- Enlever les capuchons de polyéthylène, retenir fermement le bouchon de verre en place et inverser la bouteille pour se débarrasser du surplus d'eau qui a résidé dans le goulot pendant l'incubation.
- Lire la quantité d'oxygène dissous final avec l'électrode en suivant les instructions du fabricant.

Les résultats sont valides lorsque la concentration résiduelle d'oxygène est d'au moins 1 mg/l O₂ et lorsqu'au moins 1 mg/l O₂ a réagi durant la période d'incubation.

7.4 Préparation spéciale de la verrerie

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour la détermination de la DBO₅.

8. Calcul et expression des résultats

La demande biochimique en oxygène dans un échantillon liquide, exprimée en milligramme par litre d'oxygène (mg/l O₂), est déterminée comme suit :

$$E : \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2)}{V} \times 300$$

où

- E : demande biochimique en oxygène de l'échantillon (mg/l O₂);
- D₁ : concentration d'oxygène dissous initial de l'échantillon dilué (mg/l);
- D₂ : concentration d'oxygène dissous final de l'échantillon dilué (mg/l);
- V : volume de l'échantillon utilisé (ml);
- 300 : volume de la bouteille à DBO (ml);
- B₁ : concentration d'oxygène dissous initial contenu dans le témoin du milieu bactérien;
- B₂ : concentration d'oxygène dissous final contenu dans le témoin de milieu bactérien (mg/l).

9. Critères d'acceptabilité

Les critères d'acceptabilité sont définis dans le document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

- Le blanc d'eau de dilution avec l'ensemencement ne doit pas excéder une consommation de 1,0 mg/l O₂ après cinq jours d'incubation.
- En ce qui concerne les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les résultats doivent se situer dans l'intervalle défini par la personne responsable désignée.
- Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicatas ou répliqués ne doivent pas différer de plus de 20 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.

10. Bibliographie

NOTE : Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

ASSOCIATION CANADIENNE DES LABORATOIRES D'ESSAIS, COMMUNAUTÉ URBAINE DE MONTRÉAL, MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT ET DE LA FAUNE DU QUÉBEC. *Effets de la préservation des échantillons et de l'inhibiteur de la nitrification sur la DBO₅ des eaux municipales*, décembre 1996.

HACH. *HQD Portable Meter, manuel d'utilisation de base*, 4^e édition, juin 2013.

**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 