

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

# Méthode d'analyse

MA. 315 – DCO 1.1

2023-02-14 (révision 7)

Détermination de la demande chimique en oxygène :  
méthode de reflux en système fermé suivi d'un  
dosage par colorimétrie avec le bichromate de  
potassium

### **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](http://www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp)

Internet : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://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<sup>e</sup> étage, boîte 23  
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://www.environnement.gouv.qc.ca)

Dépôt légal – 2023  
Bibliothèque et Archives nationales du Québec  
ISBN 978-2-550-93922-1 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2023

# TABLE DES MATIÈRES

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1. Domaine d'application</b>	<b>2</b>
<b>2. Principe et théorie</b>	<b>2</b>
<b>3. Interférence</b>	<b>2</b>
<b>4. Prélèvement et conservation</b>	<b>2</b>
<b>5. Appareillage</b>	<b>2</b>
<b>6. Réactifs et étalons</b>	<b>3</b>
<b>7. Protocole d'analyse</b>	<b>4</b>
7.1 Préparation de l'échantillon	4
7.2 Dosage	4
7.3 Préparation spéciale de la verrerie	5
<b>8. Calcul et expression des résultats</b>	<b>5</b>
<b>9. Bibliographie</b>	<b>6</b>

## Introduction

La demande chimique en oxygène (DCO) est la mesure de la quantité d'oxygène requise pour oxyder la matière organique et inorganique oxydable contenue dans un échantillon. Ce paramètre donne une estimation de la quantité de polluants présents dans un effluent industriel ou dans des eaux usées.

Les substances organiques et inorganiques présentes dans les effluents industriels proviennent principalement des raffineries de métaux, de l'industrie alimentaire et des fabriques de pâtes et papiers.

Les eaux d'un effluent industriel dont la DCO est élevée peuvent provoquer des problèmes de diminution de la concentration d'oxygène dans des cours d'eau.

La valeur de la DCO peut également servir d'indicateur pour les dilutions nécessaires lors de la mesure de la demande biochimique en oxygène.

# 1. Domaine d'application

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

La limite de détection rapportée pour cette méthode est de 5 mg/l O<sub>2</sub>. Cette méthode permet l'utilisation de tubes achetés commercialement et contenant la solution de digestion. Le domaine d'application se situe entre 5 et 1 500 mg/l O<sub>2</sub>. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées aux échantillons avant le dosage.

# 2. Principe et théorie

La matière oxydable contenue dans un échantillon est oxydée par chauffage à reflux en milieu fortement acide avec du bichromate de potassium dans une éprouvette fermée.

La matière oxydable dans l'échantillon qui réagit avec le bichromate de potassium provoque un changement de couleur dont l'absorbance est proportionnelle à la quantité de bichromate de potassium réduit et se mesure en équivalent d'oxygène.

# 3. Interférence

Les hydrocarbures aliphatiques à chaîne droite, la pyridine et ses dérivés ne sont pas complètement oxydés par cette méthode, ce qui peut sous-évaluer le résultat de la DCO. Également, une partie des composés organiques volatils peut s'évaporer avant de réagir avec l'oxydant.

Les chlorures en grande quantité peuvent interférer dans cette méthode, car ceux-ci précipitent avec l'argent contenu dans le réactif pour former une solution laiteuse. Dans ce cas, diluer l'échantillon et refaire la digestion.

# 4. Prélèvement et conservation

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre.

Acidifier l'échantillon à pH < 2 en ajoutant une solution d'acide sulfurique. Conserver les échantillons en les réfrigérant entre 0 °C et 6 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

# 5. Appareillage

5.1 Spectrophotomètre

5.2 Centrifugeuse avec une vitesse de rotation d'environ 1 800 tours par minute

5.3 Bloc chauffant à une température de 150 °C ± 2 °C

5.4 Four à 120 °C ± 5 °C

- 5.5 Tubes de DCO avec réactifs de digestion et sulfate de mercure achetés commercialement dont la gamme de concentrations se situe entre 20 et 1 500 mg/l O<sub>2</sub>
- 5.6 Pipette automatique
- 5.7 Agitateur à vortex

## 6. Réactifs et étalons

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indications contraires.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée.

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

6.1. Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (CAS n° 7664-93-9)

6.2. Biphtalate de potassium, KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> (CAS n° 877-24-7)

6.3. Solution d'acide sulfurique 9 N

Diluer 250 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dans environ 600 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.4. Solution mère de 10 000 mg/l O<sub>2</sub>

Sécher le biphtalate de potassium au four à 120 °C pendant deux heures et laisser refroidir au dessiccateur.

Peser exactement environ 2,125 g de biphtalate de potassium et dissoudre dans environ 200 ml d'eau. Compléter à 250 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve deux ans à environ 4 °C.

6.5. Solutions étalons de 0, 100, 300, 800 et 1 500 mg/l O<sub>2</sub> (méthode avec tubes achetés commercialement)

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes 0, 1, 3, 8 et 15 ml de la solution mère de 10 000 mg/l O<sub>2</sub> dans environ 80 ml d'eau. Ajouter 0,5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 9 N et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions se conservent six mois à température ambiante.

## 7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité 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 de l'échantillon

Pour la détermination de la DCO dissous, filtrer sur un filtre Millex de 0,45 µm une portion de l'échantillon non acidifié avant de procéder à l'analyse.

**NOTE : La solution de digestion étant très oxydante et corrosive, il faut manipuler cette solution avec précaution et éviter tout contact avec la peau. Utiliser des gants et des lunettes de sécurité.**

Les solutions étalons et les échantillons sont traités de la même façon.

- Homogénéiser l'échantillon.
- Prélever à l'aide d'une pipette 2,0 ml d'échantillon et l'introduire dans le tube.
- Visser fermement le bouchon et mélanger par la suite avec l'agitateur à vortex. Lors du mélange, la chaleur dégagée est très grande.
- Porter à reflux dans un bloc chauffant à une température de 150 °C ± 2 °C pendant deux heures.
- Laisser refroidir dans le bloc pendant un minimum de 30 minutes.
- Agiter le tube par inversion ou avec l'agitateur à vortex. Centrifuger pendant 15 minutes à une vitesse d'environ 1 800 tours par minute.
- Si l'échantillon devient laiteux après la digestion, reprendre la digestion en diluant l'échantillon.

### 7.2 Dosage

L'étalonnage du spectrophotomètre est fait chaque journée d'utilisation.

- Ajuster la longueur d'onde du spectrophotomètre à 600 nm.
- Essuyer l'extérieur des tubes avant de faire les lectures de transmittance.
- Ajuster le 100 % de transmittance avec la solution témoin. Tourner le tube de façon à obtenir la transmittance maximale.
- Noter la lecture de la transmittance des solutions étalons et des échantillons. Tourner le tube de façon à obtenir la transmittance maximale.

### 7.3 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 DCO.

## 8. Calcul et expression des résultats

Les résultats d'analyse sont obtenus à l'aide d'un système informatisé de traitement de données qui convertit les mesures de transmittance en absorbance. Une courbe d'étalonnage (linéaire) est tracée à partir des mesures d'absorbance et de la concentration des solutions étalons.

La concentration de la demande chimique en oxygène est exprimée en milligramme par litre d'oxygène (mg/l O<sub>2</sub>) selon l'équation suivante :

$$C = A \times F$$

où

- C : concentration de la demande chimique en oxygène dans l'échantillon (mg/l O<sub>2</sub>);  
A : concentration de la demande chimique en oxygène dans la solution dosée (mg/l O<sub>2</sub>);  
F : facteur de dilution, si nécessaire.

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

- La courbe d'étalonnage est considérée comme acceptable si le facteur de corrélation est supérieur à 0,995.
- Pour les blancs, il n'y a aucun critère, car ils sont utilisés comme étalon dans la courbe d'étalonnage.
- Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicatas ou de répliqués ne doivent pas différer de plus de 10 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
- 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 ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 80 % et 120 %.



## 9. 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*.

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DE LA LUTTE CONTRE LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES DU QUÉBEC. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*. Disponible au <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01. Disponible au [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01\\_lignes\\_dir\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf).

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC. Disponible au [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC\\_protocole\\_val\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf).



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

**Québec** 