

COT : un paramètre significatif

Au cours des dernières années, le paramètre **COT** a gagné en importance dans le cadre de l'analyse des eaux usées. En relation avec le paramètre **DCO**, notamment, il renseigne sur le type et l'origine des **contaminations organiques des eaux usées**.

Dans ce contexte, le développement de l'analyse COT s'est poursuivi : l'époque des appareils imposants et des coûts importants est révolu. Grâce au système de test en cuve LANGE, il est possible de déterminer la teneur en COT des eaux (ou des eaux usées) de manière sûre et peu onéreuse, aussi bien par la **méthode par extraction** que par **méthode différentielle**. La méthode appropriée dépend avant tout de la composition de l'échantillon.



Auteur :
Petra Pütz
- Ingénieur diplômée en chimie
- Utilisation des produits de laboratoire HACH LANGE

Analyse COT : méthode par extraction ou méthode différentielle ?



La méthode par extraction

Le COT est calculé directement par une détermination unique. Le CIT (carbone inorganique total) est auparavant extrait de manière qualitative de l'échantillon (acidification + extraction).

Cette méthode convient parfaitement aux échantillons :

- Contenant plus de CIT que de COT
- À très faible teneur en CIT
- À faible concentration de COT

Fig. 1 : détermination de COT à l'aide de la méthode par extraction



Méthode différentielle

Deux mesures distinctes permettent de déterminer le CT (carbone total) et le CIT (carbone inorganique total). Le COT est ensuite déterminé en calculant la différence entre CT et CIT ($COT = CT - CIT$).

Cette méthode convient parfaitement aux échantillons :

- Contenant du carbone organique légèrement volatil (COV)
- Dans lesquels la concentration de COT est supérieure ou égale à la concentration de CIT

Fig. 2 : détermination de COT à l'aide de la méthode différentielle

Interprétation de COT

Le COT (carbone organique total, voir fig. 1) représente, comme la DCO ou le DBO_5 (ou en combinaison avec ces derniers), un paramètre composite important dans la détermination de la contamination organiques des eaux.

Les liaisons C étant répertoriées et exprimées sous la forme de masse de carbone, le COT constitue une grandeur absolue, définissable de manière exacte, et dont la mesure est directe (unité : mg C/l).

Le COT ne permet cependant pas de faire d'assertion quant à l'oxydabilité des carbones mesurés et de l'oxygène nécessaire à leur dégradation. Toutefois, le rapport DCO/COT apporte des informations importantes sur certaines liaisons organiques (alcools, protéines, etc.). Les variations de ce rapport, par exemple à l'entrée d'une station d'épuration, permettent d'en déterminer les causes et les effets possibles sur les processus biologiques.

Cadre législatif

Les directives européennes relatives au traitement des eaux urbaines résiduaires permettent de remplacer le paramètre de surveillance DBO_5 par le COT « si une relation peut être établie entre les deux paramètres ».

Dans certains pays européens, le COT a pris la place de la DCO comme paramètre de surveillance. En Allemagne, par exemple, les autorités utilisent, pour la surveillance de la DCO dans les eaux urbaines résiduaires, le COT comme test de screening. Le seuil de DCO n'est pas dépassé lorsque le quadruple de la valeur du COT (en mg/l) ne dépasse pas ce seuil.

Les variations importantes du facteur de conversion représentent souvent un problème inhérent au passage de la DCO au COT. Ce facteur dépend de la composition des eaux usées et sa valeur varie entre deux et six.

Analyse de COT : choix de la méthode

Les méthodes de mesure de COT reposent toutes sur l'oxydation (thermique ou chimique humide) du carbone organique lié en dioxyde de carbone (CO_2). Ce dernier est détecté et fait l'objet d'une mesure quantitative. Il est fait distinction entre deux méthodes : la **méthode par extraction** et la **méthode différentielle** (voir fig. 1 et 2). La norme UE-1484 considère ces deux méthodes comme procédés de référence équivalents. Le choix de la méthode de détermination à utiliser dépend de la composition de l'échantillon. Si un échantillon contient, par exemple, une grande quantité de carbone organique volatil (COV), la méthode par extraction ne permet pas de les mesurer (résultats minorés).

La méthode par extraction et la méthode différentielle peuvent donc donner des résultats différents sur un même échantillon (en raison du COV ou de mauvais rapports CT/CIT). C'est la raison pour laquelle le choix de la méthode doit être arrêté en concertation par exemple avec les autorités de surveillance ou des laboratoires externes.

→ **L'élément décisif de la comparaison des mesures de COT n'est généralement pas le procédé mais la méthode de mesure sélectionnée (méthode par extraction ou méthode différentielle)**

Test en cuve COT

Pour un nombre typique d'échantillons, la mesure de COT par le biais du test en cuve s'avère être la méthode la plus économique et la plus simple. Le dispositif chimique et le photomètre sont étalonnés en usine et livrés prêts à l'emploi. Une digestion chimique humide oxydante est mise en œuvre, puis la quantité de dioxyde de carbone est déterminée par une mesure photométrique. Le CO₂ est transféré d'une cuve de digestion vers une cuve indicatrice au travers d'une membrane perméable aux gaz. Le changement de couleur de l'indicateur ainsi produit fait l'objet d'une mesure photométrique (voir Fig. 3). Ce procédé présente l'énorme avantage de pouvoir mesurer tous types d'échantillons qu'ils soient troubles, colorés ou riches en particules, car seul le changement de couleur de la cuve indicatrice est mesuré.

Lorsque la méthode par extraction est utilisée, le carbone organique (CIT) doit être extrait de l'échantillon avant la digestion. C'est le rôle de l'agitateur vibreur TOC-X5 : l'échantillon est pris dans la cuve de digestion par pipetage et déposé dans l'agitateur vibreur. L'association de l'agitateur vibreur et du ventilateur permet d'extraire le CIT de huit échantillons en 5 minutes.

Il suffit ensuite de visser la cuve indicatrice pour lancer la digestion du COT dans le thermostat.

La méthode par vibration permet de gagner du temps tout en étant sûre et très simple d'utilisation :

- Les réactifs sont déjà prédosés dans la cuvette de digestion.
- Aucun rinçage à l'eau sans COT nécessaire pour les accessoires d'analyse.
- Les plages de mesure axées sur la pratique de 3 à 3 000 mg/l C permet généralement l'analyse immédiate de l'échantillon homogénéisé, sans dilution préalable longue et potentiellement erronée.

Participation aux essais comparatifs 2008

Les excellents résultats pratiques des essais avec les cuves ont été notamment prouvés lors d'essais comparatifs organisés par le Service de l'Environnement et de l'Energie Suisse en mai 2008. Près de 50 participants ont procédé à l'analyse d'échantillons d'eaux usées réels. Les résultats ont été indubitables : 91 % des mesures effectuées en sortie étaient corrects (LCK385) et 92 % l'étaient en entrée (LCK386). Dans les deux cas, l'écart-type était inférieur à 10 %.

Méthode	Test en cuve	Catégorie de matière dangereuse	Plage de mesure (mg/l C)	Préparation des échantillons	Accessoires HACH LANGE
Méthode par extraction	LCK385	Xn	3-30	Homogénéisation, extraction, digestion	Agitateur vibreur TOC-X5, thermostat, photomètre
	LCK386	Xn	30-300		
	LCK387	Xn, N	300-3 000		
Méthode différentielle	LCK380	Xn, O	2-65	Homogénéisation, digestion	Thermostat, photomètre
	LCK381	Xn, O	60-735		

Tableau 1 : aperçu du test en cuve du COT

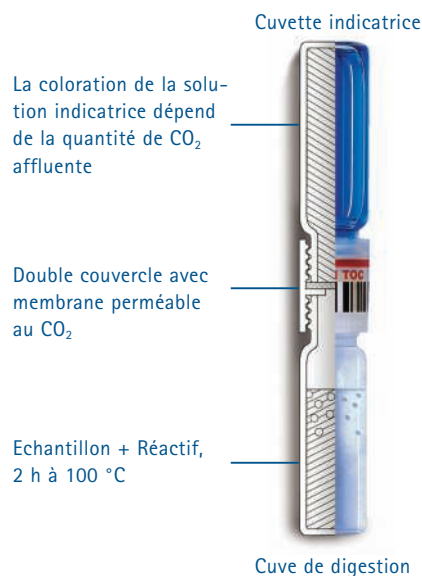


Fig. 3 : principe de fonctionnement du test en cuve du COT LANGE

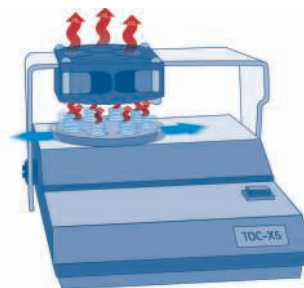


Fig. 4 : grâce à l'agitateur vibreur TOC-X5, le CIT est extrait en seulement cinq minutes – jusqu'à huit échantillons simultanément.

Symboles de danger



Comburant



Nocif



Dangereux pour l'environnement

Test en cuve et analyseur : résultats des mesures comparables

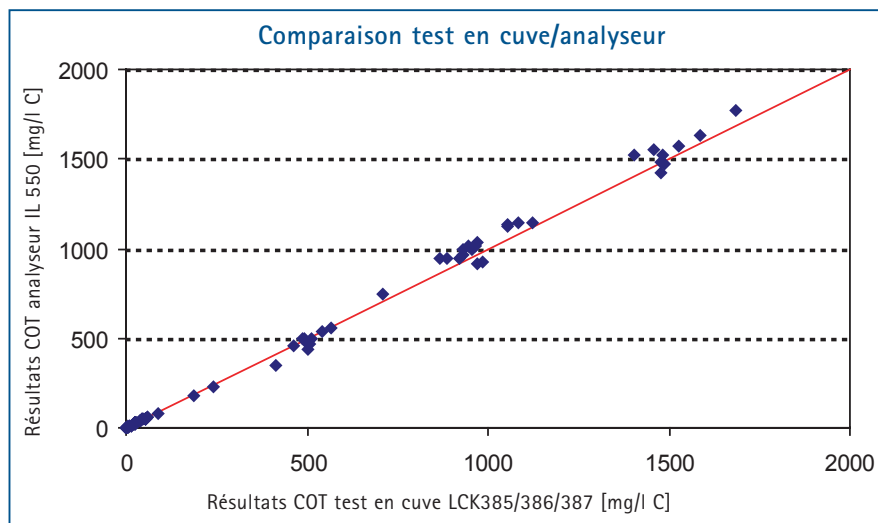


Fig. 5 : comparaison des résultats des mesures de COT par le test en cuve et l'analyseur (méthode par extraction)

Une excellente comparabilité

Les mesures de la figure 5 indiquent une excellente comparabilité entre les tests en cuve du COT et l'analyseur. La méthode par extraction a été appliquée à des échantillons réels de différentes sources à l'aide du test en cuve et de l'analyseur de COT IL 550.

Des mesures comparatives effectuées par la méthode différentielle apportent des résultats tout aussi bons (non représentés).

Dans la pratique, la majorité des utilisateurs préfèrent la méthode par extraction. La simplicité d'utilisation et la rapidité des mesures en sont les raisons évoquées. Par ailleurs, la méthode par extraction génère des résultats présentant généralement une distribution moindre car la détermination du COT est directe (une seule mesure).



Fig. 6 : idéal pour l'analyse de nombreux échantillons : l'analyseur de COT-TN IL 550

Bibliographie

- Directive européenne du 21 mai 1991 relative au traitement des eaux urbaines résiduaires (91/271/CEE)
- Norme européenne EN 1484
- HACH LANGE, rapport pratique « TOC-Analytik im Abwasser », juin 2002 (DOC040.72.00197)
- HACH LANGE, rapport d'application « Dr. Lange TOC Küvetten-Test entspricht der Europannorm », mai 1998 (DOC042.00.00153)



Un utilisateur du DR 2800 pour le contrôle de différents types d'eau nous donne son avis :

« Nous réalisons l'analyse du COT par test en cuve LCK386 en complément de la DCO sur le rejet final de l'usine. C'est une obligation due à l'arrêté d'autorisation du site.

Cette analyse est également indispensable pour vérifier le bon fonctionnement de notre COTmètre en ligne. Les tests en cuve nous donnent entière satisfaction d'autant que les comparatifs avec un laboratoire extérieur accrédité sont bons. Les manipulations sont faciles et rapides. Pour notre système qualité, nous avons également mis en place un contrôle mensuel avec les solutions étalons ADDISTA, c'est un bon moyen d'être sûr qu'il n'y a pas de dérive. »

Mr Georges – société RONAVAL du groupe VEOLIA – Exploitation de l'incinérateur de Bourgoing Jailleu (38 Isère)