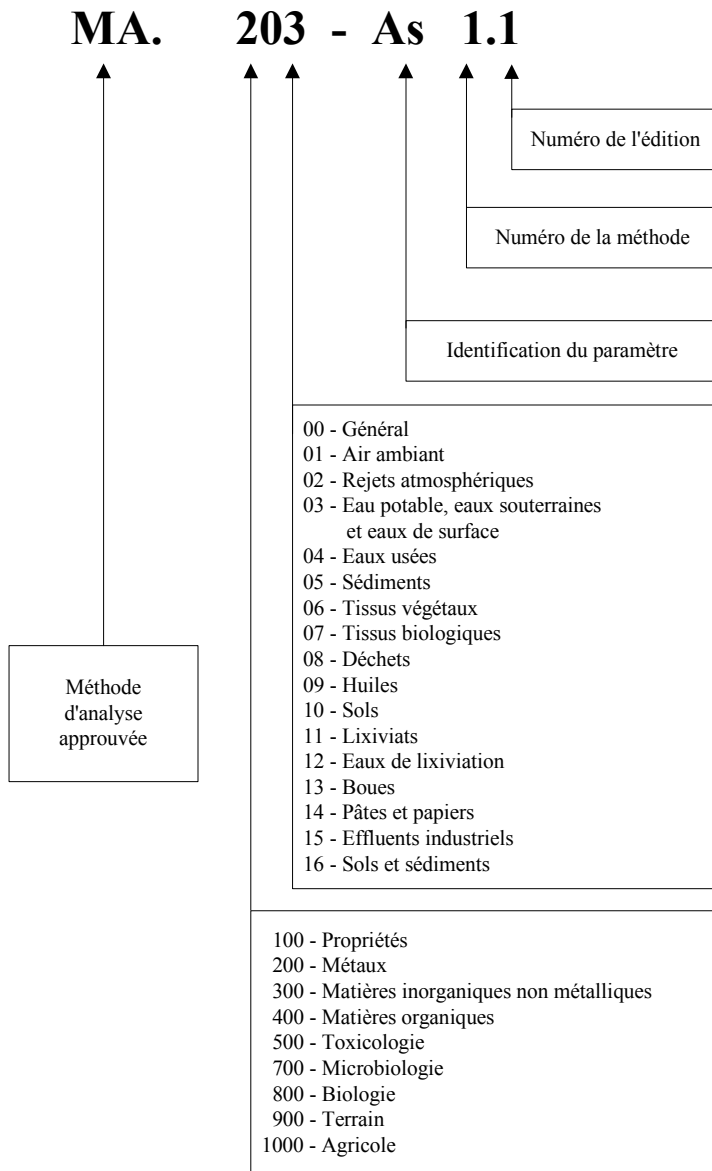


MA. 110 – PGA 1.0
Édition : 2001-04-30
Révision : 2004-10-26 (2)

Méthode d'analyse
Détermination du potentiel de génération d'acide :
méthode par titrage avec de l'acide sulfurique

Exemple de numérotation :



ÉDITION APPROUVÉE LE : 30 avril 2001

Historique de la méthode

Cette méthode a été écrite pour la détermination du potentiel de génération d'acide afin d'évaluer les possibilités de valorisation des résidus industriels inorganiques comme matériau de construction. Cette méthode est tirée du document « Prediction of acid generation potential » de B.C. Research Canada.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination du potentiel de génération d'acide : méthode par titrage avec de l'acide sulfurique. MA. 110 – PGA 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2004, 12 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. FIABILITÉ	7
3.1. Interférence	7
3.2. Limite de détection	7
3.3. Limite de quantification	7
3.4. Sensibilité	8
3.5. Fidélité	8
3.6. Justesse	8
3.7. Pourcentage de récupération	8
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	8
5. APPAREILLAGE	8
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	9
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	9
7.1. Préparation de l'échantillon	9
7.2. Détermination du potentiel théorique de génération d'acide	10
7.3. Détermination du potentiel de neutralisation	10
7.4. Préparation spéciale de la verrerie	11
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	11
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	12
10. BIBLIOGRAPHIE	12

INTRODUCTION

Le potentiel de génération d'acide des résidus industriels inorganiques est utilisé afin de déterminer si le résidu peut être revalorisé comme matériau de construction. Cette détermination est une des analyses demandées dans le *Guide de valorisation des résidus inorganiques industriels comme matériau de construction* publié par le ministère de l'Environnement.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cet essai est utilisé pour déterminer le potentiel de génération d'acide dans des résidus solides.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Dans une première étape, le résidu solide est broyé à une grosseur inférieure à 500 µm.

Dans la seconde étape, le potentiel théorique de génération d'acide est déterminé en mesurant le pourcentage de soufre dans l'échantillon. Par la suite, un titrage d'une autre portion de l'échantillon est effectué jusqu'à un pH inférieur à 3,5 afin de mesurer le potentiel de neutralisation.

Le potentiel de génération d'acide est déterminé en soustrayant le potentiel de neutralisation du potentiel théorique de génération d'acide.

3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

3.1. INTERFÉRENCE

Il n'y a pas d'interférence connue pour cette analyse.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

Le potentiel de génération d'acide étant obtenu par un calcul entre le potentiel théorique de génération d'acide et le potentiel de neutralisation, la limite de détection ne s'applique pas.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

Le potentiel de génération d'acide étant obtenu par un calcul entre le potentiel théorique de génération d'acide et le potentiel de neutralisation, la limite de quantification ne s'applique pas.

3.4. SENSIBILITÉ

Le potentiel de génération d'acide étant obtenu par un calcul entre le potentiel théorique de génération d'acide et le potentiel de neutralisation, la sensibilité ne s'applique pas.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

Le potentiel de génération d'acide étant obtenu par un calcul entre le potentiel théorique de génération d'acide et le potentiel de neutralisation, la répliquabilité ne s'applique pas.

3.5.2. Répétabilité

Le potentiel de génération d'acide étant obtenu par un calcul entre le potentiel théorique de génération d'acide et le potentiel de neutralisation, la répétabilité ne s'applique pas.

3.6. JUSTESSE

Aucun matériel de référence n'existe pour cette détermination et par conséquent la justesse ne peut être établie.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Le potentiel de génération d'acide étant obtenu par un calcul entre le potentiel théorique de génération d'acide et le potentiel de neutralisation, le pourcentage de récupération ne s'applique pas.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif d'un poids minimum de 250 g dans un contenant.

Aucun agent de préservation n'est ajouté. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

5. **APPAREILLAGE**

Les marques de commerce apparaissant ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

5.1. Broyeur capable de réduire un solide à une taille inférieure à 500 µm

5.2. Étuve à 105 °C ± 5 °C

5.3. pH-mètre et électrode

5.4. Plaque agitatrice

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S., à moins d'indication contraire.

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 se conserver indéfiniment à la température ambiante. Cependant, elles doivent être refaites s'il y a un changement de couleur à la solution ou s'il y a formation d'un précipité.

6.1. Acide sulfurique, H_2SO_4 (CAS n° 7664-93-9)

6.2. Carbonate de sodium, Na_2CO_3 (CAS n° 497-19-8)

6.3. Solution tampon pH 4,00, 7,00 et 10,00

6.4. Solution d'acide sulfurique 1,0 N.

Diluer 28 ml de H_2SO_4 (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.5. Solution de carbonate de sodium 2,00 N

Sécher environ 25 g de Na_2CO_3 (cf. 6.2) pendant 4 heures à 250 °C. Laisser refroidir dans un dessiccateur, peser exactement environ 10,6 g de Na_2CO_3 (cf. 6.2) et le dissoudre dans environ 80 ml d'eau. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie », DR-12-SCA-01, sont suivies afin de s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance 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

- L'échantillon est séché à 105 °C.
- L'échantillon est broyé de façon à obtenir une granulométrie inférieure à 500 µm.

7.2. DÉTERMINATION DU POTENTIEL THÉORIQUE DE GÉNÉRATION D'ACIDE

La détermination du potentiel théorique de génération d'acide se mesure avec le pourcentage de soufre dans l'échantillon. Le pourcentage de soufre se détermine par une méthode de combustion de l'échantillon et dosage par infrarouge. Les détails concernant le dosage du soufre sont donnés dans le document MA. 310 – Sou. 2.0, intitulé « Détermination du soufre : méthode par combustion et dosage par spectrophotométrie infrarouge ». Le potentiel théorique de génération d'acide se calcule à partir du résultat de soufre.

7.3. DÉTERMINATION DU POTENTIEL DE NEUTRALISATION

7.3.1. Étalonnage du pH-mètre

- Vérifier la condition de l'électrode et dégager l'orifice.
- Étalonner le pH-mètre avec les solutions tampons (cf. 6.3).

7.3.2. Étalonnage de la solution d'acide sulfurique 1,0 N

- Introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution de Na_2CO_3 (cf. 6.5) d'environ 2,00 N dans un becher de 250 ml.
- Diluer à environ 100 ml avec de l'eau et titrer avec la solution d'acide sulfurique 1,0 N (cf. 6.4) jusqu'à pH 5,0. Noter le volume ajouté (volume = V_1).
- Retirer l'électrode, la rincer avec de l'eau dans le becher.
- Recouvrir le becher d'un verre de montre et faire bouillir la solution de carbonate de sodium titrée pendant 3 à 5 minutes.
- Laisser refroidir et rincer le verre de montre avec de l'eau dans le becher.
- Compléter le titrage avec la solution d'acide sulfurique 1,0 N (cf. 6.4) jusqu'à pH = 4,5 (volume = V_2). Noter le volume ajouté. Le volume total est donné par l'équation :

$$C = V_1 + V_2$$

La concentration de H_2SO_4 exprimée en normalité est calculée de la façon suivante :

$$N = \frac{A \times B}{53 \times C \times V}$$

où

- N : normalité de la solution de H_2SO_4 (N);
- A : poids de Na_2CO_3 utilisé pour la préparation de la solution de Na_2CO_3 d'environ 2,00 N (g);

- B : volume de la solution de Na_2CO_3 d'environ 2,00 N utilisé (10 ml);
- C : volume de la solution de H_2SO_4 utilisé (ml);
- V : volume de Na_2CO_3 préparé (litre);
- 53 : poids d'un équivalent de Na_2CO_3 exprimé en g.

7.3.3. Dosage des échantillons

Note : Il n'est pas nécessaire de faire de blanc pour cette détermination.

- Peser une portion de 2 g d'échantillon préalablement homogénéisé et séché à 105 °C, dans un becher et ajouter 100 ml d'eau (l'échantillon doit être tamisé à 500 μm si nécessaire).
- Agiter pendant 15 minutes avec un barreau aimanté.
- Mesurer le pH initial de l'échantillon.
- Titrer avec la solution d'acide sulfurique 1,0 N (cf. 6.4) jusqu'à un pH de $3,5 \pm 0,1$ tout en gardant une agitation constante. Ce titrage peut s'effectuer d'une façon manuelle (ajout d'acide sulfurique à environ toutes les 30 minutes jusqu'à ce que le pH soit de $3,5 \pm 0,1$ pendant 4 heures). Si le titrage doit être interrompu pour la nuit, continuer l'agitation pendant la nuit et poursuivre le titrage le lendemain.

Note – Ajouter les volumes d'acide sulfurique suivants lors du titrage manuel : 1 ml si le pH est supérieur à 7; 0,5 ml si le pH est entre 5 et 7; et 0,2 ml si le pH est inférieur à 5.

- Noter le volume final.

7.4. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

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

8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Le potentiel théorique de génération d'acide exprimé en kg H_2SO_4 /tonne métrique est déterminé comme suit :

$$A = S \times 30,63$$

où

- A : potentiel théorique de génération d'acide (kg H_2SO_4 /tonne métrique);
- S : pourcentage de soufre (%).

Le potentiel de neutralisation exprimé en kg H₂SO₄/tonne métrique est déterminé comme suit :

$$B = \frac{V \times 49}{P}$$

où

- B : potentiel de neutralisation (kg H₂SO₄/tonne métrique);
- V : volume d'acide sulfurique 1,0 N (ml);
- P : poids d'échantillon utilisé (g).

Le potentiel de génération d'acide en kg H₂SO₄/tonne métrique est déterminé comme suit :

$$C = A - B$$

où

- C : potentiel de génération d'acide (kg H₂SO₄/tonne métrique);
- A : potentiel théorique de génération d'acide (kg H₂SO₄/tonne métrique);
- B : potentiel de neutralisation (kg H₂SO₄/tonne métrique).

Si la valeur du potentiel de génération d'acide est comprise entre -20 kg H₂SO₄/tonne métrique et +20 kg H₂SO₄/tonne métrique, une confirmation du résultat doit être faite à l'aide d'un test bactériologique à l'aide de l'oxydation microbiologique de l'échantillon par la thiobacillus ferrooxidans.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Sans objet.

10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie, DR-12-SCA-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

B.C. RESEARCH CANADA FOR ENVIRONMENT CANADA, Prediction of acid generation potential, 1975.