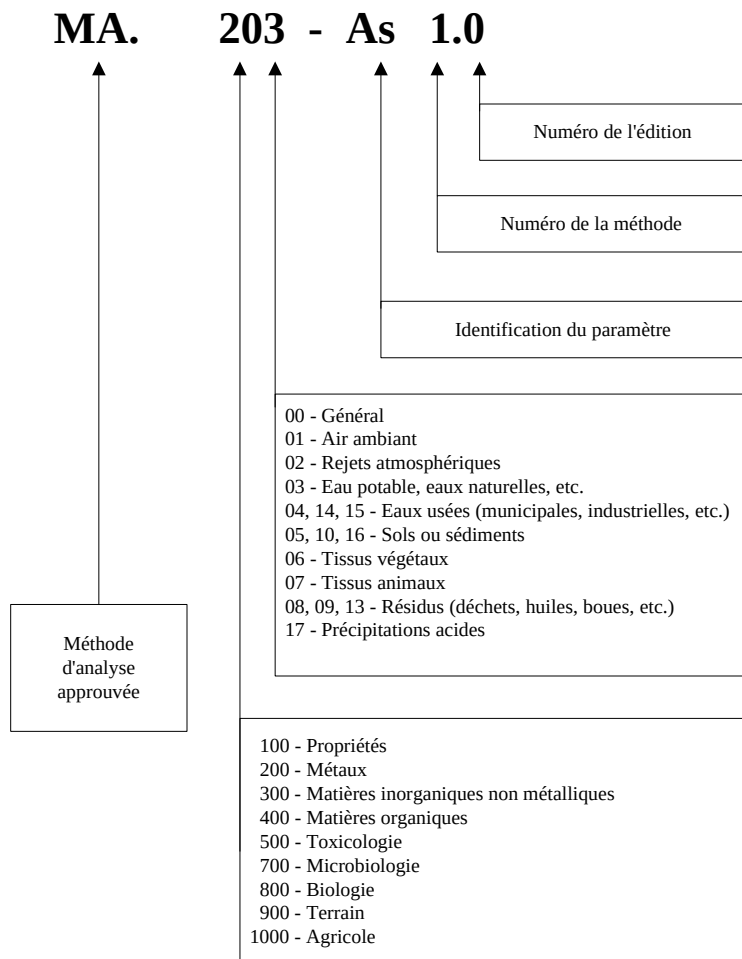


MA. 110 – P. neu. 1.0
Édition : 2002-03-13
Révision : 2006-10-06 (3)

Méthode d'analyse

Détermination du pouvoir neutralisant dans les solides

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination du pouvoir neutralisant dans les solides, MA. 110 - P. neu, 1.0, Rév.3,
Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2006,
10 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. FIABILITÉ	5
3.1 Interférence	5
3.2 Limite de détection	5
3.3 Limite de quantification	5
3.4 Sensibilité	6
3.5 Fidélité	6
3.6 Justesse	6
3.7 Pourcentage de récupération	6
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1 Étalonnage du pH-mètre	8
7.2 Étalonnage de la solution d'acide chlorhydrique 1,0 N	8
7.3 Étalonnage de la solution d'hydroxyde de sodium 1,0 N	8
7.4 Dosage	9
7.5 Préparation spéciale de la verrerie	9
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	9
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	10
10. BIBLIOGRAPHIE	10

INTRODUCTION

Le pouvoir neutralisant est un indice de l'alcalinité d'un résidu solide ou des cendres afin d'en permettre l'épandage. Ce paramètre est demandé dans le document « Critères provisoires pour la valorisation des matières résiduelles fertilisantes (épandage, entreposage, compostage, fabrication et utilisation des terreaux) » publié par le ministère de l'Environnement.

Cette méthode est basée sur la méthode publiée par le Bureau de normalisation du Québec, intitulée « Amendements calciques ou magnésiens provenant de procédés industriels ».

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination du pouvoir neutralisant dans les échantillons solides.

Le domaine d'application se situe entre 1,7 % E.C.C. (équivalent de CaCO_3) et 160 % E.C.C.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Une portion d'échantillon séché est mise en contact avec une solution d'acide chlorhydrique. L'excès d'acide est titré avec une solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à un pH de 7,0. Le pouvoir neutralisant est exprimé en pourcentage en équivalent de CaCO_3 (% E.C.C.) de la masse sèche.

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

Toute substance formant une pellicule adhérent aux parois des électrodes peut influencer le temps de réponse.

3.2 LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 1,7 % E.C.C.

3.3 LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 5,8 % E.C.C.

3.4 SENSIBILITÉ

Pour un poids d'échantillon de 1,5 g et une concentration d'acide chlorhydrique et d'hydroxyde de sodium de 1 N, 1 ml de différence entre le volume de HCl et de NaOH correspond à un pouvoir neutralisant d'environ 3 % E.C.C.

3.5 FIDÉLITÉ

3.5.1 Réplicabilité

La réplicabilité d'une série de mesures a été de $\pm 0,2$ % E.C.C. à un pouvoir neutralisant de 52,5 % E.C.C.

3.5.2 Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures a été de ± 2 % E.C.C. à un pouvoir neutralisant de 51 % E.C.C.

3.6 JUSTESSE

La justesse ne peut être déterminée car il n'y a pas de matériaux de références certifiés.

3.7 POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Le pourcentage de récupération ne peut être déterminé pour ce paramètre.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

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

Aucun agent de préservation n'est requis. 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 Un pH-mètre

5.2. Une électrode combinée

5.3. Une plaque agitatrice

5.4. Un tamis de 100 Mesh

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, 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'indication contraire, 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 de précipité.

6.1. Acide chlorhydrique, HCl

6.2. Carbonate de sodium, Na_2CO_3

6.3. Solutions tampons pour étalonner le pH-mètre

6.4. Hydroxyde de sodium, NaOH

6.5. Solution d'acide chlorhydrique d'environ 1,0 N

Diluer 83 ml de HCl (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.6. Solution d'hydroxyde de sodium d'environ 1,0 N

Dissoudre 40 g de NaOH (cf. 6.4) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.7. Solution de carbonate de sodium d'environ 0,4 N

Sécher du Na_2CO_3 (cf. 6.2) pendant 4 heures à 250 °C et laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser exactement environ 5,3 g de Na_2CO_3 (cf. 6.2) et le dissoudre dans environ 100 ml d'eau. Compléter à 250 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve une semaine.

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 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).

7.2 ÉTALONNAGE DE LA SOLUTION D'ACIDE CHLORHYDRIQUE 1,0 N

Introduire à l'aide d'une pipette 40 ml de la solution de Na_2CO_3 (cf. 6.7) d'environ 0,4 N dans un becher de 250 ml.

- Diluer à environ 100 ml avec de l'eau et titrer avec la solution d'acide chlorhydrique 1,0 N (cf. 6.5) jusqu'à un pH de 4,5. Noter le volume ajouté.

La concentration de HCl 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 HCl (N);
A : poids de Na_2CO_3 utilisé pour la préparation de la solution de Na_2CO_3 d'environ 0,4 N (g);
B : volume de la solution de Na_2CO_3 d'environ 0,4 N utilisé (40 ml);
C : volume de la solution de HCl utilisé (ml);
V : volume de Na_2CO_3 préparé (litre);
53 : poids d'un équivalent de Na_2CO_3 exprimé en g.

7.3 ÉTALONNAGE DE LA SOLUTION D'HYDROXYDE DE SODIUM 1,0 N

Introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution de NaOH (cf. 6.6) d'environ 1,0 N dans un becher de 150 ml.

- Diluer à environ 50 ml avec de l'eau et titrer jusqu'à un pH de 8,7 avec la solution de HCl 1,0 N (cf. 6.5). Noter le volume ajouté.

Note – À partir du pH de 9,7, il suffit d'environ une goutte pour obtenir un pH d'environ 7.

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

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

où

N : normalité de la solution de NaOH (N);
A : volume de la solution de HCl utilisé (ml);

B : normalité de la solution de HCl;
C : volume de la solution de NaOH utilisé (10 ml).

7.4 DOSAGE

- L'échantillon est séché à 105 °C et broyé si nécessaire. Utiliser la portion inférieure à 100 Mesh. Tamiser si nécessaire sur un tamis.
- Peser environ 1,50 g d'échantillon dans un becher de 250 ml.
- Ajouter 50 ml de HCl 1,0 N (cf. 6.5), couvrir d'un verre de montre et porter à ébullition très lentement sur une plaque chauffante. Maintenir l'ébullition pendant 5 minutes.
- Chauffer sur une plaque chauffante pendant 3 heures à une température de 55 °C ± 5 °C.

Note – Le volume de liquide dans le becher ne doit pas diminuer de plus de 10 ml.

- Laisser refroidir et rincer le verre de montre avec de l'eau dans le becher.
- Titrer rapidement avec la solution de NaOH 1,0 N (cf. 6.6) jusqu'à pH 2,0, puis continuer graduellement jusqu'à l'obtention d'un pH 7,0 constant pendant 1 minute.
- Noter le volume de NaOH 1,0 N nécessaire pour effectuer le titrage.

7.5 PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

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

8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Le pouvoir neutralisant exprimé en pourcentage de la masse sèche est déterminé comme suit :

$$C = \frac{5 \times [(A \times B) - (D \times E)]}{F}$$

où

C : pouvoir neutralisant (% E.C.C.);
A : normalité de la solution de HCl utilisé (N);
B : volume de la solution de HCl utilisé (ml);
D : normalité de la solution de NaOH utilisé (N);
E : volume de la solution de NaOH utilisé (ml);
F : poids d'échantillon utilisé (g).

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont définis au document DR-12-VMC et sont appliqués comme suit :

Pour les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères sont définis par le responsable désigné.

Les résultats des duplicata et réplicats ne doivent pas varier de plus de 10 %.

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.

BUREAU DE NORMALISATION DU QUÉBEC, NQ 0419-090, Amendements calciques ou magnésiens provenant de procédés industriels, 7.3 Détermination du pouvoir neutralisant, 1997.