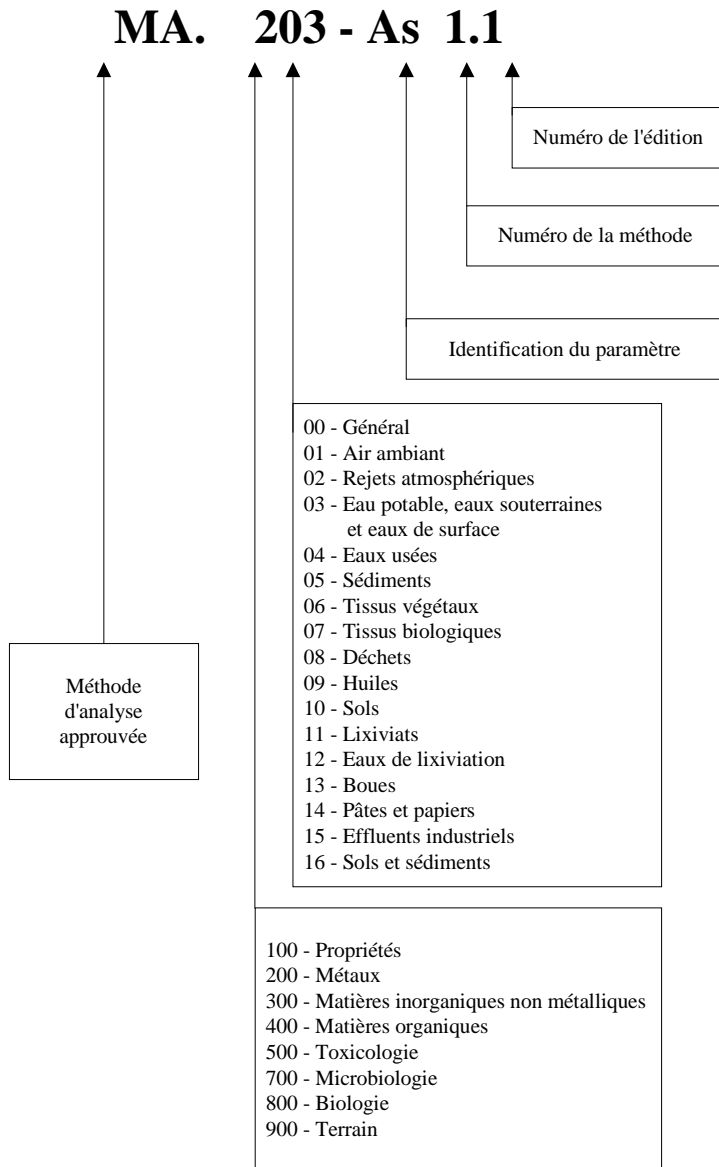


MA. 115 – Col. 1.0
Édition : 1999-03-02
Révision : 2001-03-03 (1)

Méthode d'analyse
Détermination de la couleur dans les effluents;
Méthode colorimétrique avec le chloroplatinate

Comment fonctionne la codification?



ÉDITION APPROUVÉE LE : 2 mars 1999

Historique de la méthode

Cette méthode remplace les documents MENVIQ 91.03/115 - Col. 1.1 (effluents) et MENVIQ 87.09/114 - Col. 1.1 (effluents pâtes et papiers).

Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination de la couleur dans les effluents; Méthode colorimétrique avec le chloroplatinate. MA. 115 – Col. 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2001, 11 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. Limites de détection	8
3.3. Limites de quantification	8
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	10
7.2. Dosage	10
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	10
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	10
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	11
10. BIBLIOGRAPHIE	11

INTRODUCTION

La couleur des échantillons d'eaux est surtout reliée à la présence d'ions métalliques (cuivre, fer et manganèse), de tourbe, de plancton, d'herbage et de composés organiques comme les substances humiques et les polyphénols (lignines).

Souvent, une eau colorée est traitée afin qu'elle soit utilisable à l'intérieur d'un procédé industriel ou avant son rejet dans les cours d'eau.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination de la couleur pour les échantillons aqueux possédant une couleur jaune brunâtre.

Le domaine d'étalonnage du dosage se situe entre 5 et 300 U.C.V. pour les solutions étalons.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Il existe deux mesures de la couleur : la couleur vraie et la couleur apparente. La couleur vraie est la mesure de la couleur d'une eau non turbide. La couleur apparente est la mesure de la couleur d'une eau qui n'a subi aucun traitement.

Dans la plupart des eaux usées, la mesure de la couleur est une mesure de couleur vraie. La filtration des échantillons peut enlever une partie de la couleur vraie. Afin d'éviter ce problème, une centrifugation est nécessaire pour enlever les matières en suspension. De plus, la valeur de couleur obtenue étant extrêmement dépendante du pH, il est donc nécessaire de spécifier le pH auquel la couleur est déterminée.

La couleur de l'échantillon est déterminée par comparaison à 400 nm entre le pourcentage de transmittance de l'échantillon et le pourcentage de transmittance d'une gamme de solutions étalons contenant du chloroplatinate.

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

Une turbidité, même légère, augmente le résultat de la couleur vraie. Il est donc indispensable de centrifuger tout échantillon présentant une turbidité décelable à l'œil. La couleur mesurée par cette méthode est celle mesurée à 400 nm (jaune brunâtre). Tout échantillon ayant une coloration autre que celle mesurée peut affecter la validité du résultat.

3.2. LIMITES DE DÉTECTION

La limite de détection est de 1,7 UCV. La limite de détection rapportée est de 2 UCV.

3.3. LIMITES DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 5,5 UCV. La limite de quantification rapportée est de 6 UCV.

3.4. SENSIBILITÉ

Pour une solution étalon de 100 UCV, le signal obtenu est d'environ 60 % de transmittance.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Réplicabilité

La réplicabilité d'une série de mesures (n = 10) est de ± 2 UCV à une concentration de 39 UCV.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures (n = 5) est de ± 30 UCV à une concentration de 830 UCV.

3.6. JUSTESSE

La justesse d'une série de mesures (n = 10) a été de 104 % à une concentration de 160 UCV.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Le pourcentage de récupération mesuré (n = 2) a été de 100 %.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

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

Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 48 heures.

5. **APPAREILLAGE**

5.1. Spectromètre avec une cellule dont le trajet optique est de 2,5 cm

5.2. Centrifugeuse

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.

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS 7647-01-0)
- 6.2. Chlorure de cobalt, $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ (CAS 7791-13-1)
- 6.3. Chloroplatinate de potassium, K_2PtCl_6 (CAS 16921-30-5)
- 6.4. Solution étalon de couleur de 500 unités

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire 50 ml de HCl (*cf.* 6.1) dans environ 100 ml d'eau. Dissoudre 0,623 g de K_2PtCl_6 , (*cf.* 6.3) 0,50 g de $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ (*cf.* 6.2) et compléter à 500 ml avec de l'eau. Cette solution se conserve à 4 °C jusqu'à l'apparition d'un précipité.

- 6.5. Solutions étalons de couleur

Préparer une série de solutions étalons de couleur ayant les concentrations suivantes :

Solution étalon	Concentration (UCV)
STD-1	5
STD-2	20
STD-3	100
STD-4	200
STD-5	300

Voici un exemple pour la préparation des solutions étalons :

Dans une série de fioles jaugées de 50 ml, introduire à l'aide de micropipette et de pipettes 0,5, 2, 10, 20 et 30 ml de la solution étalon de couleur de 500 UCV (*cf.* 6.4) dans environ 15 ml d'eau et compléter au trait de jauge 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 physico-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

- Centrifuger (≈ 3000 tr/min) pendant une heure les échantillons.
- **Les échantillons qui restent turbides, même après la centrifugation, ne doivent pas être filtrés. La lecture de la couleur doit alors être faite sur l'échantillon non centrifugé et le résultat rapporté comme couleur apparente.**
- **Si un échantillon a une couleur vraie supérieure à 300 U.C.V., diluer l'échantillon non centrifugé. La lecture de la couleur doit alors être rapportée comme couleur apparente. Le facteur de dilution doit être rapporté avec le résultat.**

7.2. DOSAGE

Le dosage de la couleur est fait de la façon suivante :

- Effectuer la mise sous tension du spectrophotomètre.
- Ajuster la longueur d'onde d'analyse à 400 nm.
- Ajuster le 100 % de transmittance avec de l'eau (dans des cellules de 2,5 cm).
- Prendre la lecture de la transmittance des solutions étalons et des échantillons.

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 couleur.

8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Tracer une courbe d'étalonnage à partir des mesures de transmittance et de la concentration des solutions étalons. Déterminer la couleur des échantillons à l'aide de cette courbe.

La couleur, exprimée en unités de couleur, est déterminée comme suit :

$$C = A \times F$$

où

- C : couleur de l'échantillon (UCV);
- A : couleur de la solution dosée (UCV);
- F : facteur de dilution (si nécessaire).

Sur le certificat d'analyse, noter le pH de l'échantillon, le type de couleur mesurée (vraie ou apparente) et le facteur de dilution de l'échantillon si nécessaire.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 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 des replica ne doivent pas varier de plus de 6 UCV si la couleur est inférieure à 10 fois la limite de quantification de la méthode et de 10 % si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement des composés d'intérêt dans la même plage de recouvrement acceptée pour une matrice donnée en fonction de l'historique des résultats obtenus pour l'analyse de cette matrice.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION, WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 19th Edition, 1995.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-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.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, EPA 600/4-79-020, Method 110.2, 1976.