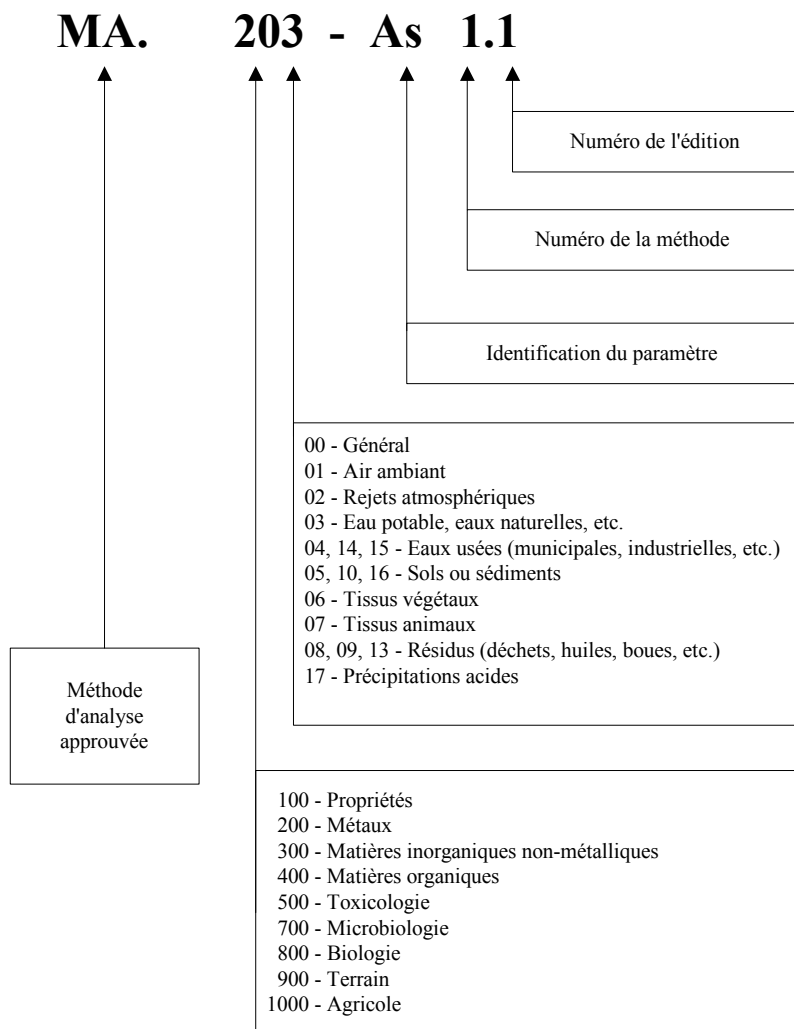


MA. 115 – S.S. 1.1
Édition : 2004-11-01

Méthode d'analyse
Détermination des solides en suspension totaux
et volatils dans les effluents : méthode gravimétrique

Exemple de numérotation :



Historique de la méthode

Cette méthode a été écrite pour la détermination des solides en suspension dans les échantillons liquides. Elle est basée sur la méthode « Total suspended solids dry at 103-105 °C » de « Standard Methods for the evaluation of water and wastewater ». Cette deuxième édition remplace la méthode MA. 115 – S.S. 1.0.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination des solides en suspension totaux et volatils dans les effluents : méthode gravimétrique. MA. 115 – S.S. 1.1, Ministère de l'Environnement du Québec, 2004, 14 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. FIABILITÉ	8
3.1. Interférence	8
3.2. Limite de détection	8
3.3. Limite de quantification	8
3.4. Sensibilité	8
3.5. Fidélité	8
3.6. Justesse	9
3.7. Pourcentage de récupération	9
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	9
5. APPAREILLAGE	9
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	10
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	10
7.1. Conditionnement des filtres	10
7.2. Dosage	11
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	12
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	12
8.1. Matières en suspension	12
8.2. Matières en suspension volatiles	13
8.3. matières décantables	13
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	13
10. BIBLIOGRAPHIE	14

INTRODUCTION

Les solides en suspension sont constitués par la matière en suspension dans l'eau. Ils proviennent de sources naturelles, d'effluents municipaux et industriels, du ruissellement des terres agricoles et des retombées de matières particulaires atmosphériques.

Les eaux avec des niveaux élevés de solides en suspension peuvent provoquer des inconvénients dans certains procédés industriels.

Selon le Règlement sur les carrières et les sablières, la concentration maximale de solides en suspension dans un effluent ne peut excéder 25 mg/l. Selon le Règlement sur les raffineries de pétrole, la quantité maximale quotidienne de solides en suspension dans un effluent ne peut excéder 6,8 kg. Selon le Règlement sur les fabriques de pâtes et papiers, la concentration maximale de solides en suspension dans un effluent ne peut excéder 30 mg/l.

Certains guides suggèrent de mesurer les solides en suspension après décantation des particules durant un certain temps. La norme fixée dans le « Guide d'aménagement des lieux d'élimination de neige » est de 30 mg/l de solides en suspension après 15 minutes.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des solides en suspension dans les effluents industriels.

Le domaine d'application se situe entre 15 et 20 000 mg/l.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

La détermination des solides en suspension est faite en filtrant une portion d'échantillon au travers d'un filtre « Whatman 934 AH » préalablement pesé. Lorsque la filtration est terminée, le résidu est séché à 105 °C et pesé de nouveau. Le poids de solides en suspension est obtenu par différence des poids.

Pour les solides en suspension décantables, une portion de l'échantillon est décantée pendant un certain temps, puis la quantité de solides en suspension est déterminée. La différence entre les solides en suspension totaux et les solides en suspension non décantables donne la concentration de solides en suspension décantables.

La quantité de solides en suspension volatils est obtenue par la différence entre le poids du résidu calciné à 550 °C et celui séché à 105 °C.

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

Pour les solides en suspension, la principale interférence est la perte de certaines matières volatiles à 105 °C. Pour les solides en suspension volatils, l'interférence la plus importante est causée par la matière inorganique instable à 550 °C.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 3 mg/l, si un volume de 200 ml d'échantillon est utilisé

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 11 mg/l, si un volume de 200 ml d'échantillon est utilisé.

3.4. SENSIBILITÉ

Sans objet.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Réplicabilité

Matières en suspension

La réplicabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de ± 7 mg/l à une concentration de 66 mg/l et de ± 300 mg/l à une concentration de 8 300 mg/l.

Matières en suspension volatiles

La réplicabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de ± 5 mg/l à une concentration de 34 mg/l et de ± 200 mg/l à une concentration de 4 600 mg/l.

3.5.2. Répétabilité

Matières en suspension

La répétabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de ± 3 mg/l à une concentration de 68 mg/l et de ± 9 mg/l à une concentration de 817 mg/l.

Matières en suspension volatiles

La répétabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de ± 4 mg/l à une concentration de 63 mg/l et de ± 15 mg/l à une concentration de 240 mg/l ($n = 5$).

3.6. JUSTESSE

Matières en suspension

La justesse d'une série de mesures ($n = 10$) a été de 97,1 % à une concentration de 68 mg/l.

Matières en suspension volatiles

La justesse d'une série de mesures ($n = 10$) a été de 105,7 % à une concentration de 60 mg/l.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Matières en suspension

Lors d'essais, le taux de récupération par cette procédure de dosage a été de 105 %.

Matières en suspension volatiles

Lors d'essais, le taux de récupération par cette procédure de dosage a été de 112 %.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre et conserver à 4 °C.

Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 7 jours.

5. APPAREILLAGE

5.1. Rampe de filtration et entonnoir à filtration de type Büchner

5.2. Filtre Whatman 934 AH 12,5 cm ou l'équivalent

5.3. Étuve à une température de $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$

5.4. Fournaise à moufle à une température de $550\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$

5.5. Dessiccateur

5.6. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg

5.7. Pompe à vide

- 5.8. Plaque agitatrice
- 5.9. Chronomètre
- 5.10. Cône Imhoff ou becher pour la décantation des solides.

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

L'eau utilisée est de l'eau distillée ou déminéralisée.

- 6.1. Agent dessiccatif (ex. : Drierite)

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. CONDITIONNEMENT DES FILTRES

- Numéroté le filtre sur le côté lisse.
- Placer le filtre en prenant soin de déposer le côté rugueux du filtre sur le dessus dans l'entonnoir de type Büchner.
- Laver le filtre avec 3 portions successives de 20 ml d'eau déminéralisée.
- Déposer le filtre dans un vase de pétri en plaçant le côté rugueux du filtre sur le dessus.
- Conditionner les filtres en les chauffant dans une fournaise à moufle 550 °C pendant un minimum d'une heure.
- Laisser refroidir le filtre dans un dessiccateur (un minimum de 4 heures).

7.2. DOSAGE

7.2.1. Détermination des solides en suspension non décantables

7.2.1.1 Solides en suspension non décantables tel que demandé dans le « Guide d'aménagement des lieux d'élimination de neige » (décantation de 15 minutes)

- Homogénéiser l'échantillon et le verser dans un becher de 1 litre jusqu'à ce qu'il y ait 12,5 cm d'eau dans le becher.
- Homogénéiser l'échantillon à l'aide d'un agitateur magnétique. Arrêter l'agitation et chronométrer 15 minutes.
- Prélever une portion d'échantillon à 1 cm du fond par siphon et mesurer les matières en suspension comme indiqué à la section 7.2.2.

7.2.1.2 Détermination des solides en suspension non décantables autres que ceux de la section 7.2.1.1.

- Homogénéiser l'échantillon et le verser dans un cône Imhoff jusqu'à la jauge de 1 000 ml.
- Laisser reposer l'échantillon pendant le temps nécessaire (selon la demande).
- Sans remuer l'échantillon, prélever avec une pipette à large ouverture, 100 ml de la solution à partir du point se situant entre 400 et 600 ml.
- Déterminer les solides en suspension comme indiqué à la section 7.2.2.

7.2.2. Détermination des solides en suspension

- Peser le filtre à l'aide d'une balance analytique (immédiatement avant de l'utiliser).
- Placer le filtre en prenant soin de déposer le côté rugueux du filtre sur le dessus. Ajouter de l'eau afin de mouiller le filtre, puis faire le vide.
- Un filtre de même type suit le cheminement et est utilisé comme témoin.
- Homogénéiser l'échantillon.
- Filtrer un volume d'échantillon homogène à travers le filtre Whatman 934 AH ou équivalent de façon à mesurer un maximum de 500 mg de matières en suspension.
- Noter le volume d'échantillon filtré.
- Laver le cylindre avec 3 portions de 10 ml d'eau que l'on videra sur le filtre en s'assurant de bien laisser filtrer l'eau entre chaque lavage.

- Arrêter la filtration sous vide.
- Plier le filtre et le déposer dans une capsule de porcelaine.
- Faire sécher à l'étuve à 105 °C pendant une nuit.
- Laisser refroidir au dessiccateur pendant un minimum de 4 heures. Peser le filtre. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, peser le filtre jusqu'à l'obtention d'un poids constant c'est-à-dire que la différence entre 2 pesées successives soit inférieure à 1 mg en répétant le cycle (séchage - refroidissement - pesage).
- Pour la détermination des matières en suspension volatiles, chauffer pendant un minimum de deux heures le filtre dans la fournaise à moufle à 550 °C.
- Laisser refroidir le filtre au dessiccateur (un minimum de 4 heures). Peser le filtre. Si le temps de calcination (2 heures) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, peser le filtre jusqu'à l'obtention d'un poids constant c'est-à-dire que la différence entre 2 pesées successives soit inférieure à 1 mg, en répétant le cycle (calcination - refroidissement - pesage).

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 des solides en suspension.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont exprimés d'après l'équation suivante :

8.1. MATIÈRES EN SUSPENSION

$$E = \frac{(A - B) \times 1\,000\,000}{D}$$

où

E : quantité de matières en suspension (mg/l);
 A : poids du filtre + solides (g) (après 105 °C);
 B : poids du filtre vierge (g) (avant 105 °C);
 D : volume d'échantillon utilisé (ml).

8.2. MATIÈRES EN SUSPENSION VOLATILES

$$E = \frac{(A - F) \times 1\,000\,000}{D}$$

où

E : quantité de matières en suspension volatiles (mg/l);
A : poids du filtre + solides avant calcination (g) (après 105 °C);
F : poids du filtre + solides après calcination (g) (après 550°C);
D : volume d'échantillon utilisé (ml).

8.3. MATIÈRES DÉCANTABLES

$$E = S - \frac{(A - B) \times 1\,000\,000}{D}$$

où

E : quantité de matières en suspension décantables (mg/l);
S : quantité de matières en suspension totales avant décantation (mg/l);
A : poids du filtre + solides (g) pour les solides en suspension non décantables (après 105 °C);
B : poids du filtre vierge (g) pour les solides en suspension non décantables (avant 105 °C);
D : volume d'échantillon utilisé (ml).

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 15 mg/l, si la concentration de solides en suspension 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 entre 70 % et 130 %.

La différence de poids du blanc de méthode analytique avant et après le séchage à 105 °C ne doit pas avoir une différence supérieure à 0,0015 g.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORK ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Edition, 1998.

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.

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT DU QUÉBEC, Guide d'aménagement des lieux d'élimination de neige et mise en œuvre du Règlement sur les lieux d'élimination de neige, 2003.