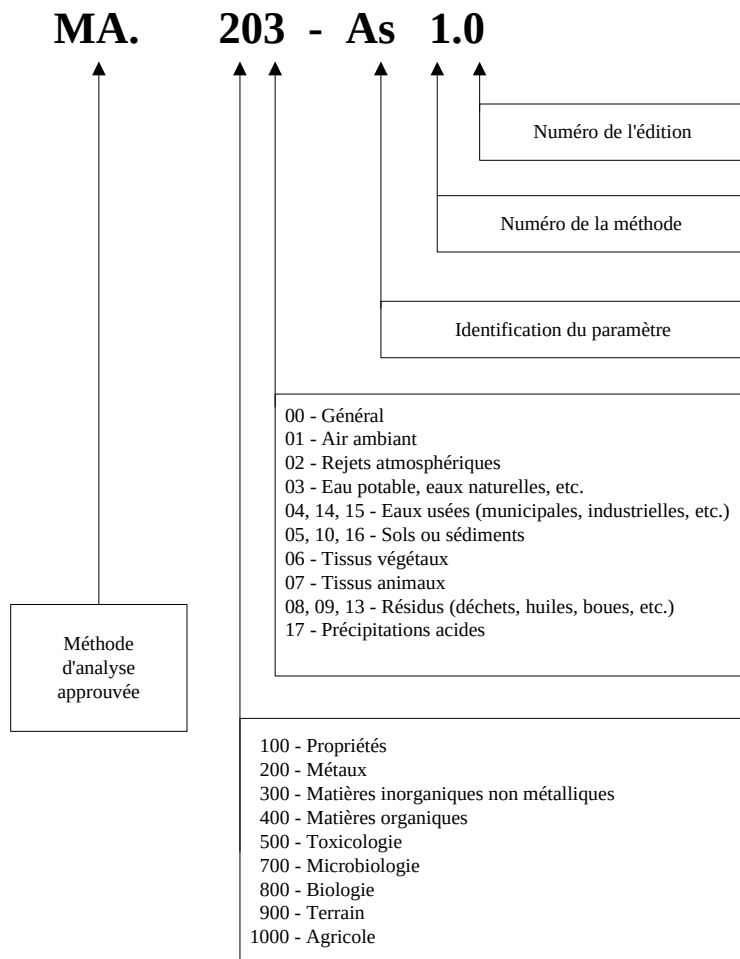


MA. 115 – S.D. 1.0
Édition : 1999-03-02
Révision : 2006-09-12 (2)

Méthode d'analyse

Détermination des solides dissous totaux et volatils
dans les effluents : méthode gravimétrique

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 des solides dissous totaux et volatils dans les effluents : méthode gravimétrique. MA. 115 – S.D. 1.0, Rév.2, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2006, 9 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	6
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. Conditionnement des capsules	7
7.2. Dosage	7
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	8
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	8
8.1. Solides dissous	8
8.2. Solides dissous volatils	9
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	9
10. BIBLIOGRAPHIE	9

INTRODUCTION

Les solides dissous sont constitués principalement de substances inorganiques dissoutes dans l'eau. Les principaux constituants des solides dissous sont les chlorures, les sulfates, les bicarbonates, le calcium, le magnésium et le sodium.

Ils proviennent de sources naturelles, d'effluents municipaux et industriels, du ruissellement des terres agricoles et des retombées de matières particulaires atmosphériques.

L'influence la plus importante qu'exercent les solides dissous sur la qualité de l'eau est l'altération du goût. Ils provoquent parfois un entartrage des canalisations.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des solides dissous totaux et volatils dans les échantillons aqueux.

Pour un volume de 100 ml, le domaine d'application se situe entre 9 et 5 000 mg/l. Un volume d'échantillon plus petit ou plus grand que 100 ml permet un domaine d'application plus grand.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le filtrat d'un échantillon est évaporé dans une capsule préalablement pesée. Lorsque l'évaporation est terminée, le résidu est séché à 105 °C et pesé de nouveau. Le poids de solides dissous est obtenu par différence des poids.

La quantité de solides dissous 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

Une eau fortement minéralisée dont le contenu est hygroscopique requiert un temps de séchage prolongé. Une autre interférence est la perte de certaines matières volatiles à 105 °C.

Pour les solides dissous 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 9 mg/l.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 31 mg/l.

3.4. SENSIBILITÉ

Sans objet.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Réplicabilité

La réplicabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de ± 3 mg/l à une concentration de 42 mg/l.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de ± 6 mg/l à une concentration de 348 mg/l.

3.6. JUSTESSE

Lors d'essais ($n = 10$), l'erreur relative a été de 2,4 % à une concentration de 340 mg/l.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, le taux de récupération par cette procédure de dosage a été de 102 %.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

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

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

5. **APPAREILLAGE**

5.1. Pompe à vide avec un erlenmeyer à vide et un entonnoir à filtration de type Büchner

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

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

5.4. Dessiccateur

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

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

5.7. Capsule en porcelaine pour évaporation avec un diamètre minimal de 9 cm

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

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

6.1. Agent dessicatif (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 CAPSULES

- Éviter de manipuler les capsules avec les doigts et les entreposer à l'abri des poussières et des saletés.
- Conditionner les capsules en porcelaine à la fournaise à moufle à 550 °C pendant au moins 1 heure. Si les solides dissous totaux sont déterminés uniquement, les capsules en porcelaine peuvent être conditionnées à 105 °C.
- Laisser refroidir dans un dessiccateur pendant au moins 4 heures.

7.2. DOSAGE

NOTE – Une capsule vide suit le cheminement et est utilisée comme témoin.

- Peser la capsule conditionnée à l'aide d'une balance analytique.
- Conditionner le filtre (Whatman 934 AH ou l'équivalent) en le lavant avec 3 portions successives de 20 ml d'eau. Jeter l'eau de lavage.
- Homogénéiser l'échantillon.
- Filtrer un volume mesuré d'échantillon homogène au travers d'un filtre conditionné (maximum 100 ml, de façon à mesurer un maximum de 500 mg de solides dissous) dans un erlenmeyer à vide. Un volume d'eau supérieur à 100 ml peut être utilisé si une limite de détection inférieure est souhaitée. Noter le volume d'échantillon utilisé.

- Laver le filtre avec 3 portions successives de 10 ml d'eau et conserver les eaux de rinçage.
- Verser le filtrat et les eaux de rinçage dans la capsule préalablement pesée. Rincer l'ermeneyer avec un peu d'eau et transférer dans la capsule.
- Transférer la capsule à l'étuve, à 105 °C, pendant une nuit.
- Laisser refroidir au dessiccateur pendant un minimum de 4 heures. Peser la capsule. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, peser la capsule 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 solides dissous volatils, chauffer pendant un minimum de 2 heures la capsule (ayant servi à la détermination des solides dissous à 105 °C) dans la fournaise à moufle à 550 °C.
- Laisser refroidir la capsule au dessiccateur pendant au moins 4 heures. Peser la capsule. Si le temps de calcination (2 heures) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, peser la capsule 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 (chauffage - 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 dissous.

8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

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

8.1. SOLIDES DISSOUS

$$E = \frac{(A - B) \times 1000}{D} \times 1000$$

où

- E : concentration des solides dissous contenus dans l'échantillon (mg/l);
- A : poids de la capsule + solides (g) (après 105 °C);
- B : poids de la capsule vide (g);
- D : volume d'échantillon utilisé (ml).

8.2. SOLIDES DISSOUS VOLATILS

$$E = \frac{(A - D) \times 1000}{B} \times 1000$$

où

E : concentration des solides dissous volatils contenus dans l'échantillon (mg/l);

A : poids de la capsule + solides avant la calcination (g) (après 105 °C);

D : poids de la capsule + solides après la calcination (g) (après 550 °C);

B : 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 répliqués ne doivent pas varier de plus de 20 mg/l si la concentration de solides dissous 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.

La valeur du témoin ne doit pas excéder 0,0015 g.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 2005.

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.

ENVIRONNEMENT CANADA, Références sur la qualité des eaux, Guide des paramètres de la qualité des eaux, 1980.