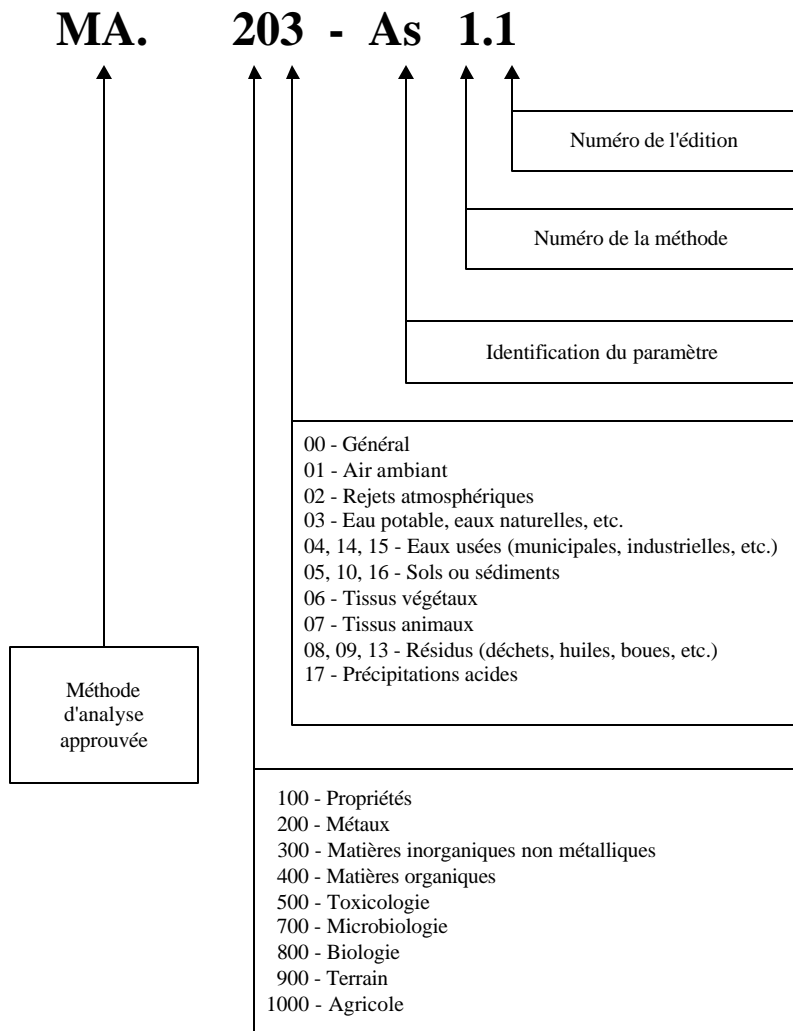


MA. 100 – S.T. 1.0
Édition : 1999-03-02
Révision : 2005-02-24 (3)

Méthode d'analyse
Détermination des solides totaux et des solides
totaux volatils : méthode gravimétrique

Exemple de numérotation :



Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination des solides totaux et des solides totaux volatils : méthode gravimétrique.
Ministère de l'Environnement du Québec, MA. 100 – S.T. 1.0, 2005, 12 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	7
3.7 Pourcentage de récupération	7
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	7
5. APPAREILLAGE	7
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	8
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	8
7.1 Conditionnement des capsules en porcelaine	8
7.2 Dosage des solides totaux ou solides totaux volatils	8
7.3 Perte à 105 °C ou à 550 °C	9
7.4 Préparation spéciale de la verrerie	10
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	10
8.1 Solides totaux	10
8.2 Solides totaux volatils	10
8.3 Perte à 105 °C	11
8.4 Perte à 550 °C	11
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	12
10. BIBLIOGRAPHIE	12

INTRODUCTION

Dans les effluents liquides, les solides totaux sont constitués par les matières dissoutes et les matières en suspension contenues dans l'eau.

Pour les échantillons solides, la perte à 105 °C ou à 550 °C représente la perte d'eau ou d'autres substances volatiles à ces températures.

Elle est basée sur la méthode « Total solids dried at 103-105 °C » de « Standard Methods for the evaluation of water and wastewater ».

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des solides totaux et des solides totaux volatils dans les effluents liquides et les boues ainsi que la perte à 105 °C ou 550 °C dans les échantillons solides.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Une portion de l'échantillon est évaporée 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 totaux ou la perte à 105 °C est obtenu par différence des poids.

La quantité de solides totaux volatils ou la perte à 550 °C 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.

3.2 LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection pour les solides totaux dans les effluents est de 5 mg/l et de 770 mg/kg pour les boues.

La limite de détection pour les pertes à 105 °C est de 0,8 %.

3.3 LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification pour les solides totaux dans les effluents est de 17 mg/l et de 2 600 mg/kg pour les boues.

La limite de quantification pour les pertes à 105 °C est de 2,5 %.

3.4 SENSIBILITÉ

Sans objet.

3.5 FIDÉLITÉ

3.5.1 Réplicabilité

Solides totaux

Pour les effluents, la réplicabilité d'une série de mesures a été de ± 3 mg/l à une concentration de 380 mg/l. Pour les échantillons de boues, la réplicabilité d'une série de mesures a été de ± 300 mg/kg à une concentration de 5 200 mg/kg.

Solides totaux volatils

Pour les effluents, la réplicabilité d'une série de mesures a été de ± 3 mg/l à une concentration de 120 mg/l. Pour les échantillons de boues, la réplicabilité d'une série de mesures a été de ± 100 mg/kg à une concentration de 2 600 mg/kg.

Pertes à 105 °C

Pour les solides, la réplicabilité d'une série de mesures a été de 0,3 % à une concentration de 6,6 %.

3.5.2 Répétabilité

Solides totaux

Pour les effluents, la répétabilité d'une série de mesures a été de ± 10 mg/l à une concentration de 360 mg/l. Pour les échantillons de boues, la répétabilité d'une série de mesures a été de $\pm 4 000$ mg/kg à une concentration de 87 000 mg/kg.

Solides totaux volatils

Pour les effluents, la répétabilité d'une série de mesures a été de ± 10 mg/l à une concentration de 120 mg/l et de ± 20 mg/l à une concentration de 780 mg/l. Pour les échantillons de boues, la répétabilité d'une série de mesures a été de $\pm 3 000$ mg/kg à une concentration de 43 000 mg/kg.

Pertes à 105 °C

Pour les solides, la répétabilité d'une série de mesures a été de 0,1 % à une concentration de 6,1 %.

3.6 JUSTESSE

Solides totaux

Lors d'essais, l'erreur relative a été de 3,1 % à une concentration de 360 mg/l. Pour les boues, l'erreur relative a été de 6,5 % à une concentration de 122 000 mg/kg.

Pertes à 105 °C

Lors d'essais, l'erreur relative a été de 0,1 % à une concentration de 16,4 %.

3.7 POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Solides totaux

Lors d'essais, le taux de récupération par cette procédure de dosage a été de 125 % pour les eaux et de 124 % pour les boues.

Solides totaux volatils

Lors d'essais, le taux de récupération par cette procédure de dosage a été de 124 %.

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 pour les échantillons liquides et de 28 jours pour les échantillons solides.

5. **APPAREILLAGE**

- 5.1. Capsule en porcelaine pour l'évaporation ayant un diamètre minimum de 9 cm
- 5.2. Étuve à une température de 105 °C ± 2 °C
- 5.3. Fournaise à moufle à une température de 550 °C ± 50 °C
- 5.4. Dessiccateur
- 5.5. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg pour les solides totaux et les solides totaux volatils dans les effluents

- 5.6. Balance analytique dont la sensibilité est de 1 mg pour les solides totaux et les solides totaux volatils dans les boues
- 5.7. Balance analytique dont la sensibilité est de 10 mg pour les pertes à 105 °C et 550 °C

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.

NOTE – Pour les échantillons liquides, utiliser une capsule en porcelaine. Pour les échantillons solides, si la perte à 105 °C uniquement est demandée, utiliser un godet d'aluminium jetable.

7.1 CONDITIONNEMENT DES CAPSULES EN PORCELAINE

- Éviter de manipuler les capsules avec les doigts et les entreposer à l'abri des poussières et des saletés.
- Conditionner les capsules en les chauffant dans un four à moufle à 550 °C pendant au moins 1 heure.
- Laisser refroidir dans un dessiccateur (un minimum de 4 heures).

7.2 DOSAGE DES SOLIDES TOTAUX OU SOLIDES TOTAUX VOLATILS

- Peser une capsule conditionnée à l'aide d'une balance analytique.
- Homogénéiser l'échantillon.
- Pour les échantillons liquides, prélever à l'aide d'un cylindre gradué l'échantillon homogène aqueux (de façon à mesurer un maximum de 500 mg de solides totaux). Verser l'échantillon dans la capsule préalablement pesée. Rincer le cylindre avec 2 portions de 10 ml d'eau et transférer dans la capsule.
- Pour les boues, peser entre 5 et 50 g d'échantillon selon la quantité de solides totaux estimée.

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

- Pour la détermination des solides totaux, transférer pour la nuit la capsule dans une étuve à 105 °C. Le lendemain, laisser refroidir la capsule au dessiccateur (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 jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 1 mg pour les effluents ou 10 mg pour les boues, en répétant le cycle (séchage - refroidissement - pesage).
- Pour la détermination des solides totaux volatils, chauffer pendant un minimum de 2 heures la capsule (ayant servi à la détermination des solides totaux à 105 °C) dans le four à moufle à 550 °C.
- Laisser refroidir la capsule au dessiccateur (minimum 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 jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 1 mg pour les effluents ou 10 mg pour les boues, en répétant le cycle (séchage - refroidissement - pesage).

7.3 PERTE À 105 °C OU À 550 °C

- Peser un godet d'aluminium jetable ou une capsule de porcelaine et noter le poids.
- Homogénéiser l'échantillon.
- Ajouter environ 10 g d'échantillon (éviter les roches et autres matières trop grossières).
- Noter le poids total.
- Pour la détermination de la perte à 105 °C, transférer pour la nuit le godet ou la capsule dans une étuve à 105 °C. Le lendemain, laisser refroidir le godet ou la capsule au dessiccateur (minimum de 4 heures) et peser. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, peser le godet ou la capsule jusqu'à l'obtention d'un poids constant, c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 100 mg, en répétant le cycle (séchage - refroidissement - pesage).
- Pour la détermination de la perte à 550 °C, chauffer pendant un minimum de 2 heures la capsule (ayant servi à la détermination de la perte à 105 °C) dans le four à moufle à 550 °C. Laisser refroidir la capsule au dessiccateur (minimum 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 jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 100 mg, en répétant le cycle (calcination - refroidissement - pesage).

7.4 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 totaux.

8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

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

8.1 SOLIDES TOTAUX

Pour les liquides :

$$C = \frac{(A - B)}{D} \times 1000000$$

où

C : concentration des solides totaux 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).

Pour les boues :

$$C = \frac{(A - B)}{D} \times 1000000$$

où

C : concentration des solides totaux dans l'échantillon (mg/kg);

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

B : poids de la capsule vide (g);

D : poids d'échantillon utilisé (g).

8.2 SOLIDES TOTAUX VOLATILS

Pour les liquides :

$$C = \frac{(A - E)}{D} \times 1000000$$

où

C : concentration des solides totaux volatils dans l'échantillon (mg/l);

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

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

D : poids d'échantillon utilisé (ml).

Pour les boues :

$$C = \frac{(A - E)}{D} \times 1000\ 000$$

où

C : concentration des solides totaux volatils dans l'échantillon (mg/kg);
A : poids de la capsule + solides avant la calcination (g) (après 105 °C);
E : poids de la capsule + solides après la calcination (g) (après 550 °C);
D : poids d'échantillon utilisé (g).

8.3 PERTE À 105 °C

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

$$P_s = 100 - P_{105} \quad P_{105} = \frac{(A - B)}{(A - C)} \times 100$$

où

P₁₀₅ : pourcentage de perte à 105 °C (%);
P_s : pourcentage de solide ou pourcentage de poids sec ou pourcentage de siccité (%);
A : poids du godet + échantillon humide (g);
B : poids du godet + échantillon sec (g);
C : poids du godet (g);
100 : facteur de conversion en pourcentage.

8.4 PERTE À 550 °C

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

$$P_{550} = \frac{(A - B)}{(A - C)} \times 100$$

où

P₅₅₀ : pourcentage de perte à 550 °C (%);
A : poids du godet + échantillon séché à 105 °C (g);
B : poids du godet + échantillon calciné à 550 °C (g);
C : poids du godet (g);
100 : facteur de conversion en pourcentage.

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.

Pour les solides totaux dans les effluents, les résultats des duplicata et des replica ne doivent pas varier de plus de 20 % si la concentration de solides totaux 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. Pour les solides totaux dans les boues, les résultats des duplicata et des replica ne doivent pas varier de plus de 20 %. Pour les pertes à 105 °C et 550 °C, les résultats des duplicata et des replica ne doivent pas varier de plus de 2 % en valeur absolue.

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 la valeur indiquée dans le tableau suivant :

Sensibilité de la balance (mg)	Différence de poids du blanc de méthode (g)
0,1	0,0015
1	0,015
10	0,15

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS 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.

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