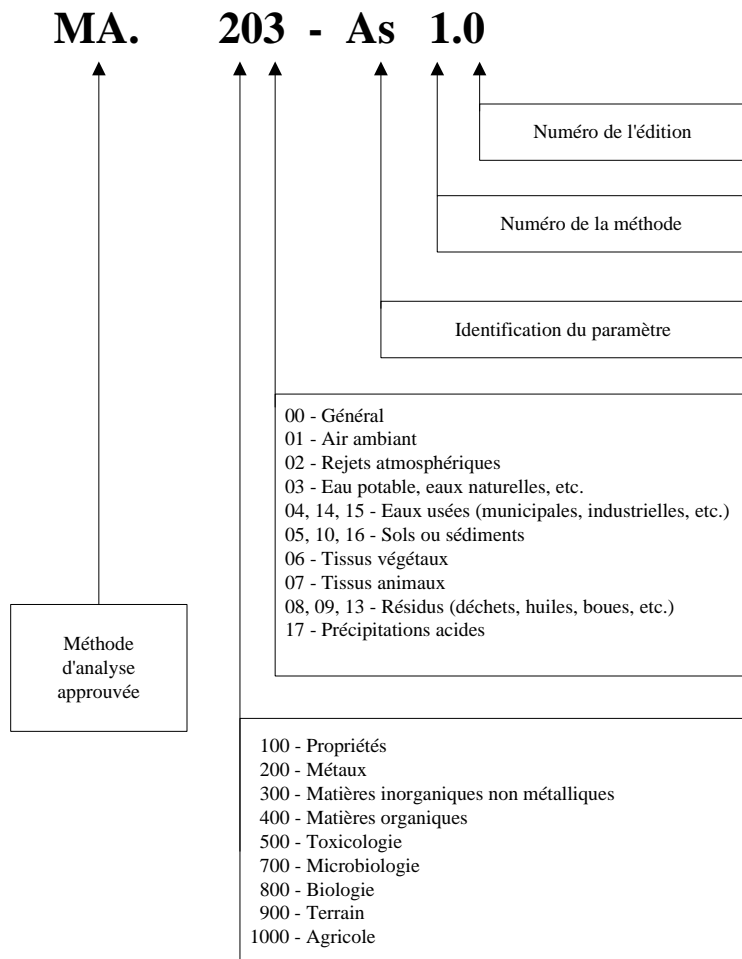


**MA. 110 – PGA 1.0**  
Édition : 2001-04-30  
Révision : 2006-09-27 (3)

**Méthode d'analyse**  
Détermination du potentiel de génération d'acide :  
méthode par titrage avec de l'acide sulfurique

## 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 potentiel de génération d'acide : méthode par titrage avec de l'acide sulfurique, MA. 110 – PGA 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	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. Préparation de l'échantillon	7
7.2. Détermination du potentiel d'acidité maximal (PAM)	8
7.3. Détermination du potentiel de neutralisation brut	8
7.4. Préparation spéciale de la verrerie	9
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	9
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	10
10. BIBLIOGRAPHIE	10



## INTRODUCTION

Le potentiel de génération d'acide des résidus industriels inorganiques est utilisé afin de déterminer si le résidu peut être revalorisé comme matériau de construction. Cette détermination est une des analyses demandées dans le *Guide de valorisation des résidus inorganiques industriels comme matériau de construction* et la Directive 019 pour les industries minières publiés par le ministère de l'Environnement.

Cette méthode est tirée du document « Prediction of acid generation potential » de B.C. Research Canada.

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cet essai est utilisé pour déterminer le potentiel de génération d'acide dans des résidus solides.

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Dans une première étape, le résidu solide est broyé à une grosseur inférieure à 500 µm.

Dans la seconde étape, le potentiel d'acidité maximal (PAM) est déterminé en mesurant le pourcentage de soufre dans l'échantillon. Par la suite, un titrage d'une autre portion de l'échantillon est effectué jusqu'à un pH inférieur à 3,5 afin de mesurer le potentiel de neutralisation brut (PN).

Le potentiel de neutralisation net (PNN) est déterminé en soustrayant le potentiel d'acidité maximal du potentiel de neutralisation brut.

Un échantillon est considéré potentiellement générateur d'acide si le pourcentage de soufre est supérieur à 0,3 % et le potentiel net de neutralisation inférieur ou égal à 20 kg/tonne de CaCO<sub>3</sub>.

### 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

Il n'y a pas d'interférence connue pour cette analyse.

#### 3.2. LIMITE DE DÉTECTION

Le potentiel de neutralisation net étant obtenu par un calcul entre le potentiel d'acidité maximal et le potentiel de neutralisation brut, la limite de détection ne s'applique pas.

### 3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

Le potentiel de neutralisation net étant obtenu par un calcul entre le potentiel d'acidité maximal et le potentiel de neutralisation brut, la limite de quantification ne s'applique pas.

### 3.4. SENSIBILITÉ

Le potentiel de neutralisation net étant obtenu par un calcul entre le potentiel d'acidité maximal et le potentiel de neutralisation brut, la sensibilité ne s'applique pas.

### 3.5. FIDÉLITÉ

#### 3.5.1. Réplicabilité

Le potentiel de neutralisation net étant obtenu par un calcul entre le potentiel d'acidité maximal et le potentiel de neutralisation brut, la répliquabilité ne s'applique pas.

#### 3.5.2. Répétabilité

Pour les échantillons solides, la répétabilité d'une série de mesures ( $n = 9$ ) a été de  $\pm 13$  kg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/tonne métrique à une concentration de 440 kg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/tonne métrique.

### 3.6. JUSTESSE

Aucun matériel de référence n'existe pour cette détermination et par conséquent la justesse ne peut être établie.

### 3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Le potentiel de neutralisation net étant obtenu par un calcul entre le potentiel d'acidité maximal et le potentiel de neutralisation brut, le pourcentage de récupération ne s'applique pas.

## 4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif d'un poids minimum de 250 g dans un contenant.

Aucun agent de préservation n'est ajouté. 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. Broyeur capable de réduire un solide à une taille inférieure à 500 µm

5.2. Étuve à 105 °C ± 5 °C

5.3. pH-mètre et électrode

5.4. Plaque agitatrice

## 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.

À moins d'indications contraires, les solutions préparées peuvent se conserver indéfiniment à la température ambiante. Cependant, elles doivent être refaites s'il y a un changement de couleur à la solution ou s'il y a formation d'un précipité.

6.1. Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (CAS n° 7664-93-9)

6.2. Carbonate de sodium, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (CAS n° 497-19-8)

6.3. Solution tampon pour étalonner le pH-mètre

6.4. Solution d'acide sulfurique 1,0 N

Diluer 28 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.5. Solution de carbonate de sodium 0,4 N

Sécher environ 10 g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (cf. 6.2) pendant 4 heures à 250 °C. Laisser refroidir dans un dessiccateur, peser exactement environ 5,3 g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (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 (duplicata). 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

– L'échantillon est séché à 105 °C.

- L'échantillon est broyé de façon à obtenir une granulométrie inférieure à 500 µm.

## 7.2. DÉTERMINATION DU POTENTIEL D'ACIDITÉ MAXIMAL (PAM)

La détermination du potentiel d'acidité maximal se mesure avec le pourcentage de soufre dans l'échantillon. Le pourcentage de soufre se détermine par une méthode de combustion de l'échantillon et dosage par infrarouge. Les détails concernant le dosage du soufre sont donnés dans le document MA. 310 – Sou. 2.0, intitulé « Détermination du soufre : méthode par combustion et dosage par spectrophotométrie infrarouge ». Le potentiel d'acidité maximal se calcule à partir du résultat de soufre.

## 7.3. DÉTERMINATION DU POTENTIEL DE NEUTRALISATION BRUT

### 7.3.1. 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).

### 7.3.2. Étalonnage de la solution d'acide sulfurique 1,0 N

- Introduire, à l'aide d'une pipette, 40 ml de la solution de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (*cf.* 6.5) 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 sulfurique 1,0 N (*cf.* 6.4) jusqu'à pH 5,0. Noter le volume ajouté.

La concentration de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> exprimée en normalité est calculée de la façon suivante :

où

$$N = \frac{A \times B}{53 \times C \times V}$$

- N : normalité de la solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (N);
- A : poids de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> utilisé pour la préparation de la solution de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> d'environ 0,4 N (g);
- B : volume de la solution de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> d'environ 0,4 N utilisé (40 ml);
- C : volume de la solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> utilisé (ml);
- V : volume de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> préparé (litre);
- 53 : poids d'un équivalent de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> exprimé en g.

### 7.3.3. Dosage des échantillons

**Note – Il n'est pas nécessaire de faire de blanc pour cette détermination.**

- Peser une portion de 2 g d'échantillon préalablement homogénéisé et séché à 105 °C, dans un becher et ajouter 100 ml d'eau (l'échantillon doit être tamisé à 500 µm si nécessaire).
- Agiter pendant 15 minutes avec un barreau aimanté.
- Mesurer le pH initial de l'échantillon.
- Titrer avec la solution d'acide sulfurique 1,0 N (cf. 6.4) jusqu'à un pH de  $3,5 \pm 0,1$  tout en gardant une agitation constante. Ce titrage peut s'effectuer d'une façon manuelle (ajout d'acide sulfurique à environ toutes les 30 minutes jusqu'à ce que le pH soit de  $3,5 \pm 0,1$  pendant 4 heures). Si le titrage doit être interrompu pour la nuit, continuer l'agitation pendant la nuit et poursuivre le titrage le lendemain.

**Note – Ajouter les volumes d'acide sulfurique suivants lors du titrage manuel : 1 ml si le pH est supérieur à 7; 0,5 ml si le pH est entre 5 et 7; et 0,2 ml si le pH est inférieur à 5.**

- Noter le volume final.

### 7.4. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

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

## 8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Le potentiel d'acidité maximal (PAM) exprimé en kg CaCO<sub>3</sub>/tonne est déterminé comme suit :

$$A = S \times 31,25$$

où

A : potentiel d'acidité maximal (kg CaCO<sub>3</sub>/tonne);

S : pourcentage de soufre (%).

Le potentiel de neutralisation brut (PN) exprimé en kg CaCO<sub>3</sub>/tonne est déterminé comme suit :

$$B = \frac{V \times 50}{P}$$

où

B : potentiel de neutralisation brut (kg CaCO<sub>3</sub>/tonne);

V : volume d'acide sulfurique 1,0 N (ml);

P : poids d'échantillon utilisé (g).

Le potentiel de neutralisation net (PNN) en kg CaCO<sub>3</sub>/tonne métrique est déterminé comme suit :

$$C = B - A$$

où

- C : potentiel de neutralisation net (kg CaCO<sub>3</sub>/tonne);
- A : potentiel d'acidité maximal (kg CaCO<sub>3</sub>/tonne);
- B : potentiel de neutralisation brut (kg CaCO<sub>3</sub>/tonne métrique).

Un échantillon solide est considéré comme potentiellement générateur d'acide si le pourcentage de soufre est supérieur à 0,3 %, que le potentiel de neutralisation net (PNN) est inférieur ou égal à 20 kg CaCO<sub>3</sub>/tonne et que le ratio entre le potentiel de neutralisation brut (PN) et le potentiel d'acidité maximal est inférieur à 3. Dans tous les autres cas, l'échantillon n'est pas considéré comme potentiellement générateur d'acide.

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Sans objet.

## 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, Détermination du soufre : méthode par combustion et dosage par spectrophotométrie infrarouge, MA. 310 – Sou. 2.0, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs 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.

B.C. RESEARCH CANADA FOR ENVIRONMENT CANADA, Prediction of acid generation potential, 1975.