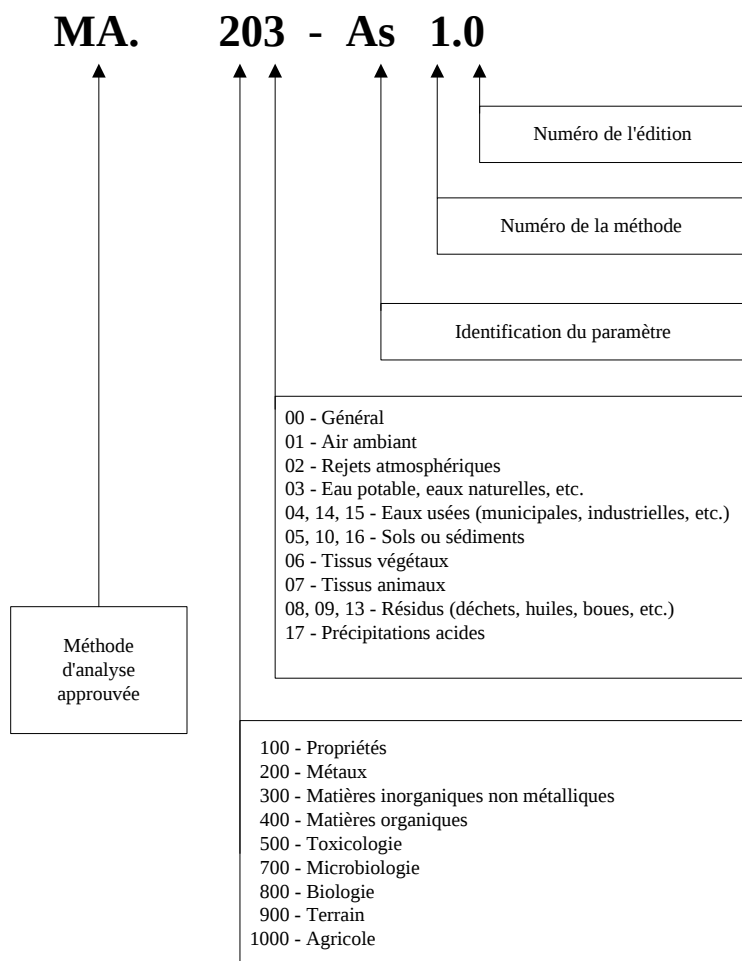


**MA. 315 – Alc. 1.0**  
Édition : 2001-04-24  
Révision : 2006-09-28 (2)

**Méthode d'analyse**  
Détermination de l'alcalinité dans les effluents :  
méthode titrimétrique automatisée

## 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 de l'alcalinité dans les effluents : méthode titrimétrique automatisée,  
**MA. 315 – Alc.1.0, Rév. 2, 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                     | 5 |
| 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                            | 8 |
| 7.1. Étalonnage du pH-mètre                       | 8 |
| 7.2. Étalonnage de la solution d'acide sulfurique | 8 |
| 7.3. Dosage                                       | 8 |
| 7.4. Préparation spéciale de la verrerie          | 9 |
| 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS             | 9 |
| 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ                       | 9 |
| 10. BIBLIOGRAPHIE                                 | 9 |



## INTRODUCTION

L'alcalinité d'un effluent industriel se définit comme sa capacité à neutraliser un acide. L'alcalinité est causée principalement par la présence des ions carbonates, bicarbonates et hydroxydes. La mesure de l'alcalinité totale est augmentée par des apports d'origine domestique (phosphate, ammoniacale, matières organiques) ou industrielle (apports de produits basiques ou acides). L'alcalinité d'un effluent industriel est sa capacité quantitative à neutraliser l'ion hydrogène; elle s'exprime en milligramme par litre de carbonate de calcium.

Cette méthode est basée sur la méthode « Alkalinity, titration method » de Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer l'alcalinité dans les effluents industriels.

En utilisant un volume d'échantillon de 25 ml et une solution d'acide sulfurique 0,02 N, le domaine d'application se situe entre 5 mg/l et 1 000 mg/l  $\text{CaCO}_3$ . En utilisant un volume d'échantillon de 25 ml et une solution d'acide sulfurique 0,10 N, le domaine d'application se situe entre 1 000 mg/l et 5 000 mg/l  $\text{CaCO}_3$ .

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Une portion d'échantillon est titrée avec une solution d'acide sulfurique jusqu'à un pH de 4,5. L'alcalinité totale est exprimée en mg/l  $\text{CaCO}_3$ .

### 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

Toute substance formant une pellicule adhérent aux parois des électrodes peut influencer le temps de réponse.

#### 3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 0,2 mg/l  $\text{CaCO}_3$ . D'une façon pratique, la limite de détection rapportée sur les certificats d'analyses est de 5 mg/l  $\text{CaCO}_3$ .

#### 3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 0,5 mg/l  $\text{CaCO}_3$ .

### 3.4. SENSIBILITÉ

Pour un volume de 25 ml d'échantillon, 1 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,02 N neutralise 40 mg/l d'alcalinité exprimée en  $\text{CaCO}_3$  ou 1 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,10 N neutralise 200 mg/l d'alcalinité exprimée en  $\text{CaCO}_3$ .

### 3.5. FIDÉLITÉ

#### 3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures ( $n = 10$ ) a été de  $\pm 0,1$  mg/l à une concentration de 71 mg/l.

#### 3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures ( $n = 10$ ) a été de  $\pm 1$  à une concentration de 213 mg/l.

### 3.6. JUSTESSE

Lors d'essais ( $n = 10$ ) à une concentration de 211 mg/l  $\text{CaCO}_3$ , l'erreur relative a été de 0,9 % (justesse de 100,9 %).

### 3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, le taux de récupération a été de 96 %.

## 4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

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

Aucun agent de préservation n'est requis. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 14 jours.

## 5. **APPAREILLAGE**

Les marques de commerce apparaissant ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

### 5.1. pH-mètre avec une électrode pour mesurer le pH

## 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, 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'indication contraire, 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,  $\text{H}_2\text{SO}_4$

6.2. Carbonate de sodium,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

6.3. Solutions tampons pour étalonner le pH-mètre

6.4. Solution d'acide sulfurique d'environ 1,0 N

Diluer 28 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.5. Solution d'acide sulfurique d'environ 0,1 N

Diluer 100 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1,0 N (cf. 6.4) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Lorsque cette solution est étalonnée, elle se conserve 6 mois.

6.6. Solution d'acide sulfurique d'environ 0,02 N

Utiliser une solution commerciale ou la préparer comme suit : diluer 40 ml de la solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  d'environ 1,0 N (cf. 6.4) dans environ 1 800 ml d'eau et compléter à 2 000 ml avec de l'eau. Cette solution devra être étalonnée selon la procédure décrite à la section 7.2.

Lorsque cette solution est étalonnée, elle se conserve 6 mois.

6.7. Solution de carbonate de sodium d'environ 0,04 N

Sécher environ 5 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (cf. 6.2) pendant 4 heures à 250 °C. Laisser refroidir dans un dessiccateur, peser exactement environ 2,12 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (cf. 6.2) et le dissoudre dans environ 800 ml d'eau. Compléter à 1 000 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 (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. ÉTALONNAGE DU pH-MÈTRE

- Vérifier la condition de l'électrode et dégager l'orifice.
- Étalonner le pH-mètre avec les solutions tampons.

### 7.2. ÉTALONNAGE DE LA SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE

Pour étalonner la solution d'acide sulfurique 0,02 N, introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (cf. 6.7) d'environ 0,04 N dans un becher de 250 ml.

**NOTE - Si la solution d'acide sulfurique 0,1 N est étalonnée (valeur d'alcalinité élevée), utiliser 40 ml de la solution de carbonate de sodium 0,04 N.**

- Diluer à environ 100 ml avec de l'eau et titrer jusqu'à un pH de 4,5. Noter le volume ajouté.

La concentration de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  exprimée en normalité est calculée de la façon suivante :

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

où

N : normalité de la solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (N);  
A : poids de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  utilisé pour la préparation de la solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  d'environ 0,04 N (g);  
B : volume de la solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  d'environ 0,04 N utilisé (10 ml);  
C : volume de la solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  utilisé (ml);  
V : volume de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  préparé (litre);  
53 : poids d'un équivalent de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  exprimé en g.

### 7.3. DOSAGE

- Utiliser la solution d'acide sulfurique 0,02 N (cf. 6.6) comme titrant.
- À l'aide d'un cylindre gradué, verser 25 ml d'échantillon dans les bechers de plastique appropriés et les disposer sur l'échantillonneur.

- Si le volume d'acide sulfurique 0,02 N ajouté est supérieur à 25 ml. Refaire l'analyse sur une autre portion de l'échantillon en utilisant la solution d'acide sulfurique 0,10 N.

#### 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 de l'alcalinité.

### 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le résultat d'alcalinité exprimé en mg/l  $\text{CaCO}_3$  est calculé par le titrateur et apparaît sur l'imprimante pour chaque becher identifié dans la séquence de l'échantillonneur.

L'alcalinité exprimée en mg/l  $\text{CaCO}_3$  est déterminée comme suit :

$$C = \frac{A \times N \times 50\,000}{B}$$

où

C : alcalinité totale (mg/l  $\text{CaCO}_3$ );  
A : volume de la solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  utilisé (ml);  
B : volume d'échantillon (ml);  
N : normalité de la solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  utilisée (N);  
50 000 : poids d'un équivalent de  $\text{CaCO}_3$  exprimé en mg.

### 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont définis au document DR-12-VMC 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 replica ne doivent pas varier de plus de 20 % si la concentration 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 le blanc de méthode, le volume du titrant ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) ne doit pas être supérieur à 0,20 ml.

### 10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION, 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, Ottawa, 1980.

RADIOMETER COPENHAGEN, TITRALAB, Operator's Handbook, 1987.

RADIOMETER COPENHAGEN, TITRALAB, Introductory and Maintenance Guide, 1987.

RADIOMETER COPENHAGEN, TITRALAB, Reference Manual, 1987.

HEWLETT PACKARD, Personal Printer Think Jet, Owner's Manual, 1987.