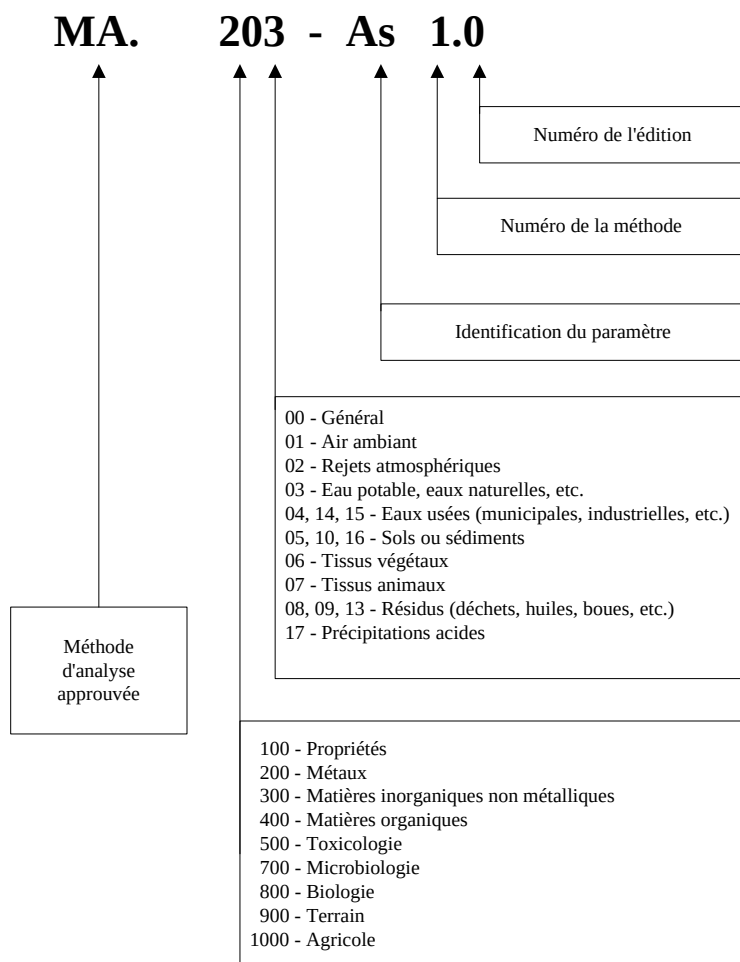


MA. 103 – Col. 1.0
Édition : 1999-02-10
Révision : 2007-04-17 (3)

Méthode d'analyse

Détermination de la couleur vraie dans l'eau : méthode
colorimétrique automatisée avec le platino-cobalt

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est identifiée par l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. L'indice peut également être augmenté si une révision entraîne des modifications en profondeur. La date de révision d'une méthode est suivie d'un chiffre indiquant la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination de la couleur vraie dans l'eau : méthode colorimétrique automatisée avec le platino-cobalt. MA. 103 – Col. 1.0, Rév. 3, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2007, 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	8
7.1 Préparation du matériel	8
7.2 Dosage	8
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	8
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	9
10. BIBLIOGRAPHIE	9

INTRODUCTION

La couleur de l'eau peut être causée par la présence de minéraux naturels comme le fer et le manganèse. Les algues, les protozoaires, les produits de décomposition des végétaux, de même que les composés organiques et inorganiques provenant d'effluents industriels et des eaux ruissellement des terres agricoles, peuvent aussi teinter l'eau.

Au Québec, la couleur vraie de l'eau des rivières varie généralement entre 11 et 49 U.C.V. (Hazen). La couleur de l'eau est mesurée pour différentes activités et applications réglementaires du ministère de l'Environnement du Québec dont le contrôle des réseaux d'égouts municipaux et la caractérisation du Saint-Laurent, Vision 2000.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination de la couleur dans les eaux souterraines, les eaux de surface, les eaux usées, les eaux de précipitation et l'eau potable.

Le plage d'étalonnage se situe entre 0 et 100 unités de couleur vraie (U.C.V.). Le domaine d'application peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Il existe deux mesures de la couleur, soit la couleur vraie et la couleur apparente. La couleur vraie est la mesure de la couleur d'une eau non turbide ne contenant aucune matière en suspension. La couleur apparente est la mesure de la couleur d'une eau qui contient de la matière en suspension. Elle est mesurée sur l'échantillon original qui n'a subi aucune filtration ou centrifugation. Généralement, dans l'eau potable et les eaux de surface, la mesure de la couleur est une mesure de couleur vraie. L'échantillon est centrifugé et la mesure de la couleur est effectuée d'après l'échelle platino-cobalt en comparant la couleur de l'échantillon à celle d'une série de solutions étalons.

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

La seule interférence connue est la turbidité. Elle est enlevée en centrifugeant l'échantillon pendant une dizaine de minutes à environ 3 200 tours par minute.

3.2 LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 0,41 U.C.V. Cette valeur a été augmentée à 1,0 U.C.V. pour les applications courantes.

3.3 LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 1,37 U.C.V. Cette valeur a été arrondie à 1,4 U.C.V. pour les applications courantes.

3.4 SENSIBILITÉ

La sensibilité moyenne calculée est de 0,12 Volt (intensité du pic) par U.C.V.

3.5 FIDÉLITÉ

3.5.1 Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de $\pm 0,1$ U.C.V. à une concentration de 19,1 U.C.V.

3.5.2 Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de $\pm 1,2$ U.C.V. à une concentration de 26,4 U.C.V.

3.6 JUSTESSE

Lors d'essais ($n = 10$), la justesse a été de 95 % à une concentration de 20 U.C.V.

3.7 POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essai ($n = 5$), le pourcentage de récupération moyen obtenu a été de 98 %.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 48 heures.

5. **APPAREILLAGE**

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

5.1. Centrifugeuse de marque Canlab

5.2. Échantillonneur de marque Technicon, modèle IV

5.3. Pompe péristaltique de marque Technicon, modèle II

- 5.4. Système pour la réaction (voir figure 1)
- 5.5. Colorimètre de marque Technicon, modèle II muni de filtres de longueur d'onde de 400 nm et d'une cellule de 50 mm de longueur
- 5.6. Logiciel « Station d'acquisition » de la compagnie Phytronix Technologies
- 5.7. Module d'acquisition de marque Phytronix Technologies pour appareil Technicon

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Lorsque l'utilisation de réactifs commerciaux de qualité particulière est nécessaire, une mention à cet effet est ajoutée après le nom du produit.

L'eau utilisée pour la préparation des solutions étalons et de la solution de rinçage est de l'eau déminéralisée.

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2. Chloroplatinate de potassium, K_2PtCl_6 (CAS n° 16921-30-5)
- 6.3. Chlorure de cobalt, $CoCl_2 \cdot 6 H_2O$ (CAS n° 7791-13-1)
- 6.4. Solution étalon mère de couleur vraie de 500 unités

Dissoudre 1,246 g de K_2PtCl_6 (cf. 6.2) et 1,000 g de $CoCl_2 \cdot 6 H_2O$ (cf. 6.3) dans environ 100 ml d'eau ultrapure. Ajouter lentement 100 ml de HCl (cf. 6.1), laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau ultrapure. La durée de vie de la solution étalon mère est de un an et elle doit être gardée à l'abri de la lumière à $\pm 4^\circ C$.

- 6.5. Solutions étalons de travail de couleur vraie de 5, 10, 20, 50, 75 et 100 unités

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes 1, 2, 4, 10, 15 et 20 ml de la solution étalon de couleur vraie de 500 unités (cf. 6.4) et compléter au trait de jauge avec de l'eau. La durée de vie des solutions étalons de travail est de une semaine et elles doivent être absolument conservées à l'abri de la lumière en utilisant des bouteilles ambrées.

- 6.6. Solution BRIJ-35[®] (30 % V/V)
- 6.7. Solution de rinçage

Dans une fiole de 1000 ml, introduire environ 100 ml d'eau déminéralisée. Ajouter ensuite 1 ml de solution Brij-35[®] (cf. 6.6) et compléter le volume à 1 000 ml.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-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 PRÉPARATION DU MATÉRIEL

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse. Le matériel utilisé pour les solutions étalons est nettoyé selon la procédure interne de lavage « DR-09-01-SCS-03 ». Le matériel utilisé pour le dosage des échantillons est jeté après chaque usage.

7.2 DOSAGE

- Centrifuger l'échantillon à environ 3 200 tr/min pendant une dizaine de minutes.
- Démarrer la pompe et le colorimètre et faire circuler la solution de rinçage (cf. 6.7) dans le système.
- Déposer les solutions étalons et les échantillons sur le plateau de l'échantillonneur.
- Lorsque les analyses sont terminées, fermer le colorimètre. Ensuite, faire aspirer la solution de rinçage (cf. 6.7) dans tous les tubes pendant 10 minutes.
- Fermer la pompe péristaltique et détendre les tubes.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont obtenus directement du micro-ordinateur à l'aide du logiciel « Station d'acquisition » et sont exprimés en U.C.V. par une régression linéaire obtenue à partir des étalons. Au besoin, réintégrer les données en suivant le programme du logiciel. Au besoin, multiplier par le facteur de dilution.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts type. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts type.
Duplicata et réplicats	Les valeurs obtenues ne doivent pas différer de plus de 2 fois la limite de détection (LDM) ou 10 % de la valeur moyenne de la concentration analysée.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de détection.
Ajouts dosés	Le pourcentage de récupération, lorsque des ajouts dosés sont faits, doit être entre 80 % et 120 %.
Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur 0,995.

Le chimiste peut valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 2120 Color, 2120 B. Visual comparison Method, 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, DIRECTION GÉNÉRALE DES EAUX INTÉRIEURES, DIRECTION DE LA QUALITÉ DES EAUX, Références sur la qualité des eaux, Guide des paramètres de la qualité des eaux, 1980.

SANTÉ ET BIEN-ÊTRE SOCIAL CANADA, Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada, Sixième édition, 1996.