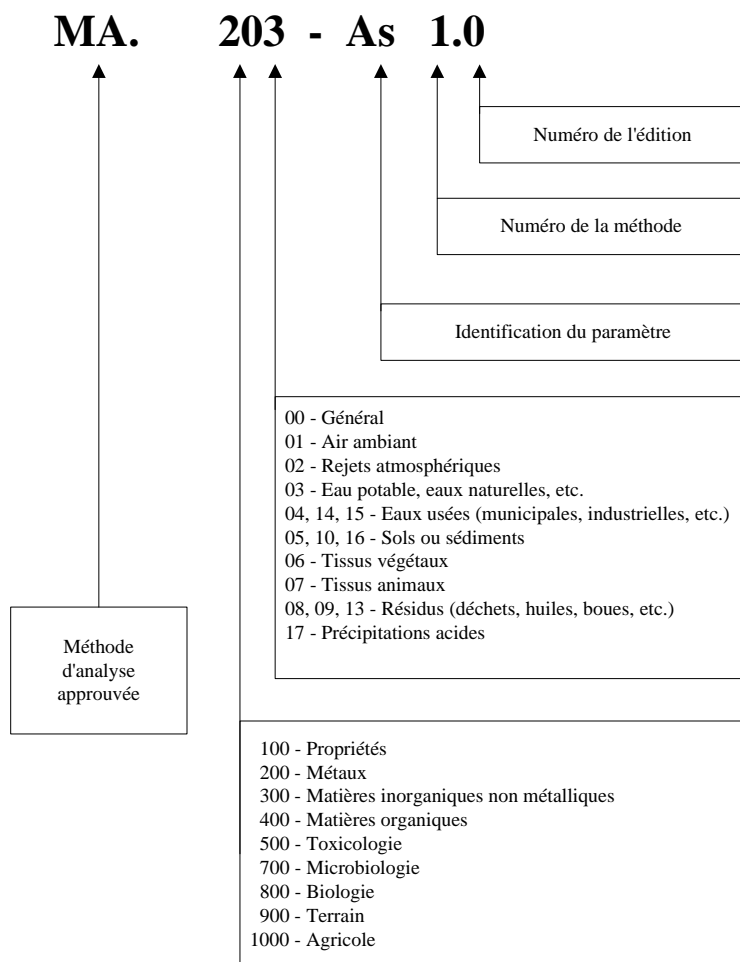


**Centre d'expertise
en analyse environnementale
du Québec**

MA. 108 – Cor. 2.1
Édition : 2006-09-11

Méthode d'analyse
Détermination de la corrosivité : méthode gravimétrique

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 corrosivité : méthode gravimétrique, MA. 108 – Cor. 2.1, Ministère
du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2006, 11 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. CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1. Préparation des étalons d'acier	7
7.2. Préparation des échantillons	8
7.3. Mesure de la corrosion	8
7.4. Préparation spéciale de la verrerie	9
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	9
8.1. Détermination de la surface de l'étalon	9
8.2. Détermination du taux de corrosion avec l'étalon d'acier	9
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	10
10. BIBLIOGRAPHIE	10
FIGURE 1 – Schéma représentant le ballon pour mesurer la corrosion	11

INTRODUCTION

Cette méthode est basée sur la méthode 1110A de la U.S. Environmental Protection Agency. Elle ne tend pas à obtenir une valeur précise de la corrosivité, mais cherche plutôt à savoir si la valeur obtenue est supérieure ou inférieure à la norme précisée dans le Règlement sur les matières dangereuses.

Selon le Règlement, une matière est considérée comme dangereuse si elle corrode l'acier de type SAE 1020 à un taux supérieur à 6,25 mm par an à une température de 55 °C.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à mesurer le taux de corrosion qu'un étalon d'acier subit lorsqu'il est immergé dans un échantillon liquide.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Un morceau d'acier de type SAE 1020 est immergé dans l'échantillon. La corrosivité de l'échantillon est déterminée en mesurant la perte de poids du morceau d'acier.

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 surface de l'étalon d'acier doit être nettoyée de toute pellicule grasseuse ou d'oxyde. Un polissage de l'étalon d'acier avec du papier au carbure de silicium en présence d'eau permet d'éliminer cette interférence.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

L'utilisation d'un montage expérimental et le temps nécessaire pour déterminer la corrosivité ne permet pas de mesurer la limite de détection telle que définie dans le document DR-12-VMC. Afin de déterminer la limite de détection de cette méthode, l'utilisation des données de répétabilité ont été utilisées. La limite de détection est de 2 mm/an.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 7 mm/an.

3.4. SENSIBILITÉ

Sans objet.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

La mesure de la corrosivité ne pouvant être faite sur plusieurs échantillons à la fois par tranche de 24 heures, la répliquabilité ne peut être déterminée.

3.5.2. Répétabilité

La répliquabilité d'une série de mesures a été de ± 1 mm/an pour une corrosivité de 10 mm/an.

3.6. Justesse

La justesse ne peut être déterminée, car il n'existe pas d'étalon de référence pour cette analyse.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

La récupération de la corrosivité ne peut être déterminée, car il s'agit d'un test physique.

4. CONSERVATION

Pour l'application du Règlement sur les matières dangereuses, les renseignements sur les modes de prélèvement et de conservation des échantillons sont présentés dans le document DR-09-01, intitulé « Modes de prélèvement et de conservation des échantillons relatifs à l'application du Règlement sur les matières dangereuses ».

5. APPAREILLAGE

5.1. Système pour la détermination de la corrosivité :

- ballon à fond plat de 1 000 ml à double paroi;
- bain chauffant à $55\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$;
- bain à ultrasons;
- condenseur pour reflux;
- support en verre pour étalon d'acier;
- plaque magnétique et barreau magnétique;
- thermomètre;
- agitateur rotatif.

- 5.2. Étalon d'acier SAE 1020 d'environ 3,2 cm de diamètre et une épaisseur d'environ 0,32 cm avec un trou d'un diamètre d'environ 0,80 cm
- 5.3. Vernier
- 5.4. Papier au carbure de silicium 220 et 600 grains
- 5.5. Dessiccateur
- 5.6. Étuve à une température de $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$
- 5.7. Agitateur rotatif à 15 ± 2 tours à la minute (ex.: roue de lixiviation)
- 5.8. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg.

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

- 6.1. Dichlorométhane
- 6.2. Pâte de poli à métal
- 6.3. Agent dessicatif pour le dessiccateur (ex. : drierite)

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons (série qui s'étend sur plusieurs jours), 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 (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 DES ÉTALONS D'ACIER

Préparer deux étalons d'acier SAE 1020 de la même façon. Un servira pour le test de corrosion, l'autre servira de témoin.

- Polir les étalons d'acier SAE 1020 avec du papier au carbure de silicium 220 grains, du papier au carbure de silicium 600 grains ou avec de la pâte de poli à métal jusqu'à ce que toutes les particules soient enlevées sur les étalons.
- Dans un becher de 150 ml, verser environ 20 ml de dichlorométhane et déposer l'anneau d'acier. Placer le becher dans un bain à ultrasons pendant 5 minutes.

- Sécher les étalons d'acier à 105 °C pendant au moins une heure et laisser refroidir au dessiccateur pendant une heure.
- Déterminer la surface totale de la pièce d'acier qui servira au test de corrosion avec un vernier.
- Peser les étalons d'acier à l'aide d'une balance analytique ($\pm 0,0002$ g).
- Conserver l'étalon d'acier témoin au dessiccateur.

7.2. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

7.2.1. Liquide

- Si l'échantillon contient des particules en suspension, filtrer l'échantillon avec un papier filtre Whatman 934-AH avant de procéder au dosage.

7.2.2. Solide

- Broyer l'échantillon pour obtenir une granulométrie inférieure à 2 mm.
- Peser au moins 800 g d'échantillon broyé et ajouter la même quantité d'eau.
- Agiter sur un agitateur rotatif, à raison de 15 ± 2 tours par minute pendant une heure.
- Filtrer avec un papier filtre Whatman 934-AH. Mesurer la corrosion de l'échantillon filtré aussitôt que possible en n'excédant pas un délai de quatre heures.

7.3. MESURE DE LA CORROSION

- Mesurer le pH du liquide qui sera testé. Si le pH est supérieur à 7,0, ne pas procéder à la mesure de la corrosion et indiquer un taux de corrosion < 2 mm/an.
- Assembler le système pour l'analyse. Se référer au schéma décrit à la figure 1.
- Remplir le ballon avec 750 ml de la solution à analyser.
- Agiter avec un barreau magnétique de façon à conserver l'échantillon homogène.
- Faire circuler l'eau chauffée à 55 °C autour du ballon et de l'eau froide dans le condensateur. Placer un couvercle au sommet du condensateur pour empêcher les particules de tomber dans le système.
- Lorsque la température de l'échantillon atteint 55 °C, suspendre l'étalon d'acier sur le support et noter la date et l'heure.

- Après 24 heures, retirer l'étalon d'acier du ballon. Noter la date et l'heure.
- Nettoyer les étalons d'acier (témoin qui est demeuré au dessiccateur et acier utilisé lors du test de corrosion) dans environ 60 ml d'eau dans un bain à ultrasons pendant 5 minutes. Vider l'eau, ajouter une nouvelle portion d'environ 60 ml d'eau et laisser dans un bain à ultrasons pendant 10 minutes. Refaire cette opération jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de particules noires dans l'eau.
- Sécher les étalons d'acier à 105 °C pendant au moins une heure et laisser refroidir au dessiccateur pendant une heure.
- Peser les étalons d'acier (témoin qui est demeuré au dessiccateur et acier utilisé lors du test de corrosion) afin de déterminer la perte de poids.

7.4. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucune attention autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est appliquée pour la détermination de la corrosivité.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1. DÉTERMINATION DE LA SURFACE DE L'ÉTALON

La surface de l'étalon est déterminée avec l'équation suivante :

$$S = \frac{[3,14 \times (D^2 - d^2)] + (h \times 3,14 \times D) + (h \times 3,14 \times d)}{2}$$

où

- S : surface de l'étalon (cm²);
- h : épaisseur de l'étalon (cm);
- D : diamètre de l'étalon (cm);
- d : diamètre du trou de l'étalon (cm).

NOTE – Si le trou de l'étalon est complètement couvert par le support, le dernier terme de l'équation est omis.

8.2. DÉTERMINATION DU TAUX DE CORROSION AVEC L'ÉTALON D'ACIER

La mesure de la corrosion est déterminée par l'équation :

$$C = \frac{(P + p) \times 11,145}{S \times T}$$

où

C : corrosion (mm/an);
P : perte de poids de l'étalon (mg);
p : perte de poids du témoin (mg);
S : surface de l'étalon (cm²);
T : temps (heures).

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, les critères sont définis par le responsable désigné.
- Le poids de l'étalon d'acier doit être au minimum 12 g avant d'entreprendre l'analyse.
- Les résultats des échantillons faits en duplicata ne doivent pas différer de plus de 25 % entre eux.
- Le poids de l'étalon d'acier témoin ne doit pas varier de plus de 1,8 mg entre le début et la fin du 24 heures de l'analyse.

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 en cours.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Modes de prélèvement et de conservation des échantillons relatifs à l'application du Règlement sur les matières dangereuses, DR-09-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition en cours.

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 en cours.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, Proposed Sampling and Analytical Methodologies for Addition to Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical/Chemical Methods, SW-846, Method 1110, 2004.

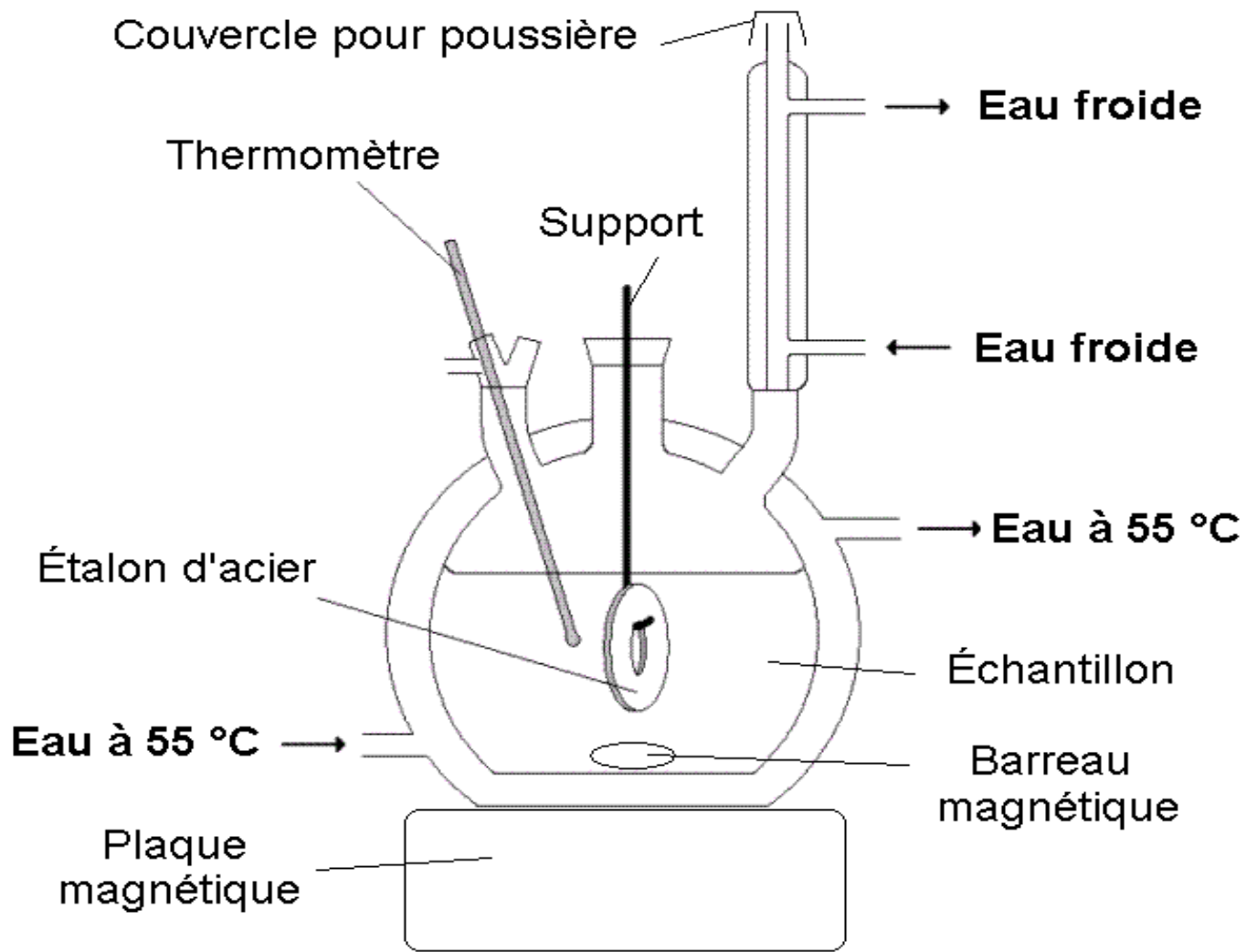


Figure 1 - Schéma représentant le ballon pour mesurer la corrosion.