

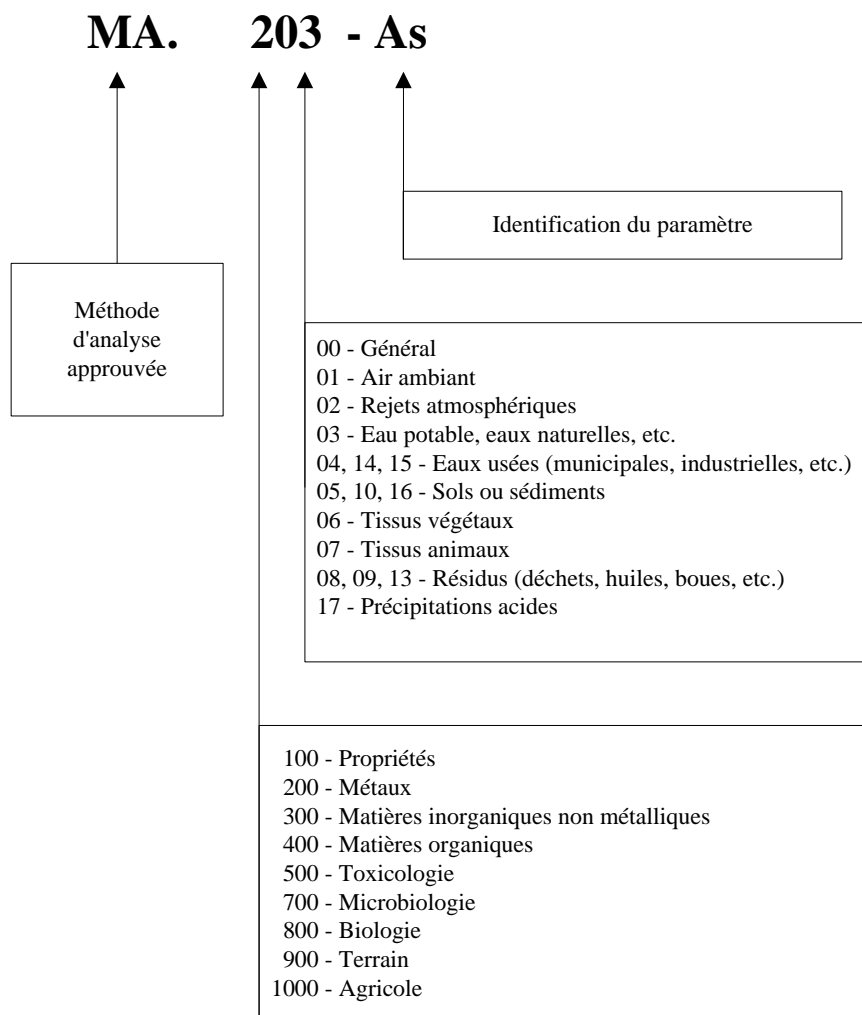
Méthode d'analyse



MA. 100 – S.T. 1.1

Détermination des solides totaux et des solides totaux volatils : méthode gravimétrique

Comment fonctionne la codification?



Note – Les méthodes publiées avant le 14 janvier 2014 ont deux chiffres à la fin de la codification de la méthode (p. ex., MA. 203 – As 3.4). Le premier chiffre désigne le numéro de la méthode (3) et le deuxième chiffre désigne le numéro de l'édition (4).

Ce document doit être cité de la façon suivante :

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DE LA LUTTE CONTRE LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES DU QUÉBEC,
Détermination des solides totaux et des solides totaux volatils : méthode gravimétrique,
MA. 100 – S.T. 1.1, Rév. 5, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec,
2017, 13 p.

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
2700, rue Einstein, bureau E.2.220
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301
Télécopieur : 418 528-1091
Courriel : ceaeq@mddelcc.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2017

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	6
3. INTERFÉRENCE	7
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	7
5. APPAREILLAGE	7
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
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. Humidité, matières volatiles à 550 °C, matière organique à 550 °C et cendres dans les solides	9
7.4. Matière organique à 375 °C dans les sols agricoles ET LES AMENDEMENTS CALCIQUES OU MAGNÉSIENS	9
7.5. Préparation spéciale de la verrerie	10
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	10
8.1. Solides totaux	10
8.2. Solides totaux volatils	11
8.3. Humidité, poids sec, matière sèche et siccité	11
8.4. Matières volatiles à 550 °C, matière organique à 550 °C ou pourcentage de cendres	12
8.5. Matière organique à 375 °C pour les sols agricoles (perte au feu)	12
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	12
10. BIBLIOGRAPHIE	13

INTRODUCTION

Dans les échantillons liquides, les solides totaux sont constitués par les matières dissoutes et les matières en suspension contenues dans l'eau. Les solides totaux représentent la quantité de solides contenus dans l'échantillon après l'évaporation de l'eau. La méthode décrite ci-après est basée sur la méthode « Total solids dried at 103-105 °C » de *Standard Methods for the Evaluation of Water and Wastewater*. Les solides totaux volatils représentent la perte de substances volatiles lorsque l'échantillon est chauffé à 550 °C. La méthode d'analyse décrite ci-après est basée sur la méthode « Fixed and volatile solids at 550 °C » de *Standard Methods for the Evaluation of Water and Wastewater*.

Dans les échantillons solides, le pourcentage d'humidité représente la perte d'eau lorsque l'échantillon est chauffé à 103-105 °C. Cette valeur est nécessaire lorsque les résultats des autres paramètres doivent être rapportés sur base sèche. La méthode décrite ci-après est adaptée de la méthode « Total solids dried at 103-105 °C » de *Standard Methods for the Evaluation of Water and Wastewater*. La matière volatile à 550 °C représente la perte des substances volatiles lorsque l'échantillon est chauffé à 550 °C. La méthode décrite ci-après est adaptée de la méthode 1684, « Total, Fixed and volatile solids in water, solids and biosolids » de l'U.S. Environmental Protection Agency.

L'analyse de la matière organique est exigée dans le Règlement sur les exploitations agricoles. La matière organique représente la perte de substances volatiles lorsque l'échantillon est chauffé à 375 °C. Cette méthode est basée sur la méthode MA-2, *Détermination de la matière organique par incinération*, du Conseil des productions végétales du Québec.

La mesure du pourcentage de siccité ou de solides d'un échantillon est exigée dans les règlements suivants : Règlement sur les fabriques de pâtes et papiers, Règlement sur les carrières et sablières et Règlement sur l'enfouissement et l'incinération des matières résiduelles.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode d'analyse sert à déterminer la concentration de solides totaux et de solides totaux volatils dans les effluents liquides et les boues, le pourcentage d'humidité et de matières volatiles dans les échantillons solides et le pourcentage de matière organique dans les échantillons de sols agricoles.

La limite de détection rapportée et le domaine d'application pour chaque type d'échantillon sont indiqués dans les tableaux suivants.

Solides totaux

Nature de l'échantillon	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Eaux	6 mg/l	6 à 50 000 mg/l
Boues	770 mg/kg	770 à 1 000 000 mg/kg

Des concentrations plus grandes peuvent être rapportées en utilisant un volume d'échantillon plus petit.

Solides totaux volatils

Nature de l'échantillon	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Eaux	10 mg/l	10 à 50 000 mg/l
Boues	770 mg/kg	770 à 1 000 000 mg/kg

Des concentrations plus grandes peuvent être rapportées en utilisant un volume d'échantillon plus petit.

Humidité (ou siccité ou poids sec ou matière sèche)

Nature de l'échantillon	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Boue ou solide	0,10 %	0,10 à 100 %

Matière organique à 375 °C

Nature de l'échantillon	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Solide	0,80 %	0,80 à 100 %

Matières volatiles à 550 °C (ou cendres)

Nature de l'échantillon	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Boue ou solide	0,12 %	0,12 à 100 %

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Pour la détermination de la concentration des solides totaux et des solides totaux volatils dans des échantillons liquides **et de boues**, une portion de l'échantillon est évaporée à 103-105 °C dans une capsule préalablement pesée. La quantité de solides totaux est obtenue par la différence entre le poids du résidu séché à 103-105 °C et le poids de la capsule vide. Par la suite, si l'analyse des solides totaux volatils est demandée, la capsule est chauffée à 550 °C. La quantité de solides totaux volatils est obtenue par la différence entre le poids du résidu calciné à 550 °C et celui séché à 103-105 °C.

Pour la détermination du pourcentage d'humidité et de matières volatiles à 550 °C dans des échantillons solides, une portion de l'échantillon est pesée et séchée à 103-105 °C. Le pourcentage d'humidité est obtenu par la différence des poids. Par la suite, si le pourcentage de matières volatiles à 550 °C est demandé, la capsule est chauffée à 550 °C. La perte à 550 °C est obtenue par la différence entre le poids du résidu calciné à 550 °C et celui séché à 103-105 °C.

Pour la détermination du pourcentage de matière organique dans les sols agricoles, une portion de l'échantillon est séchée à **150 °C** dans une capsule préalablement pesée. Par la suite, la capsule est chauffée à 375 °C. Le pourcentage de matière organique est obtenu par la différence entre le poids du résidu calciné à 375 °C et celui séché à **150 °C**.

3. INTERFÉRENCE

Une eau fortement minéralisée dont le contenu est hygroscopique requiert un temps de séchage prolongé.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Les échantillons doivent être conservés (en fonction de la matrice et du règlement) selon les recommandations décrites à la section « Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale » dans le site Web du CEAEQ. Lorsqu'une matrice n'est couverte par aucun de ces cahiers, le CEAEQ peut donner l'information aux clients qui en font la demande.

Il faut prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre et le conserver à environ 4 °C. Aucun agent de conservation n'est requis.

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 **et de boues**.

Pour la détermination du pourcentage d'humidité sur des échantillons congelés, le résultat obtenu représente le pourcentage d'humidité de l'échantillon après la décongélation. Cette valeur peut être utilisée uniquement pour rapporter les résultats sur base sèche.

5. APPAREILLAGE

- 5.1. Capsule en porcelaine pour l'évaporation dont le diamètre minimum est de 9 cm, ou godet en aluminium.
- 5.2. Étuve à une température de $104\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.
- 5.3. Fournaise à moufle à une température de $150\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, $375\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ ou $550\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$.
- 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 **0,1** 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 l'humidité, la matière organique et les matières volatiles.

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

L'eau utilisée est de l'eau distillée ou déminéralisée.

- 6.1. Agent dessiccatif (p. ex., Drierite).

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour 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 – Utiliser une capsule en porcelaine pour les analyses. Pour les échantillons solides, si le pourcentage d'humidité est demandé, utiliser un godet d'aluminium jetable ou une capsule de porcelaine.

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 (pendant au moins 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 deux (2) portions de 10 ml d'eau et transférer dans la capsule.
- Pour les boues, peser la quantité d'échantillons mise dans la capsule.

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 104 °C. Le lendemain, laisser refroidir la capsule au dessiccateur (pendant au moins 4 heures). Peser la capsule. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) ne sont pas respectés, 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 la capsule ayant servi à la détermination des solides totaux dans le four à moufle à 550 °C pendant au moins de 2 heures.

- Laisser refroidir la capsule au dessiccateur (pendant au moins 4 heures). Peser la capsule. Si le temps de calcination (2 heures) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) ne sont pas respectés, 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. HUMIDITÉ, MATIÈRES VOLATILES À 550 °C, MATIÈRE ORGANIQUE À 550 °C ET CENDRES DANS LES SOLIDES

- 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) et noter le poids total.
- Pour la détermination de l'humidité, transférer pour la nuit le godet ou la capsule dans une étuve à 104 °C. Le lendemain, laisser refroidir le godet ou la capsule au dessiccateur (pendant au moins 4 heures) et peser. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) ne sont pas respectés, 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 des matières volatiles à 550 °C, chauffer la capsule ayant servi à la détermination de l'humidité dans le four à moufle à 550 °C pendant au moins de 2 heures. Laisser refroidir la capsule au dessiccateur (pendant au moins 4 heures). Peser la capsule. Si le temps de calcination (2 heures) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) ne sont pas respectés, 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. MATIÈRE ORGANIQUE À 375 °C DANS LES SOLS AGRICOLES ET LES AMENDEMENTS CALCIQUES OU MAGNÉSIENS

- 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) et noter le poids total.
- Sécher l'échantillon au four à 150 °C pendant une nuit. Le lendemain, laisser refroidir la capsule au dessiccateur (pendant au moins 4 heures) et peser.

- Calciner l'échantillon à 375 °C pendant au moins 16 heures. Laisser refroidir la capsule au dessiccateur (pendant au moins 4 heures) et peser la capsule. Si le temps 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).

7.5. 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 les équations ci-dessous.

8.1. SOLIDES TOTAUX

Pour les échantillons liquides, les résultats sont **exprimés en mg/l** selon l'équation suivante :

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

où

- C : concentration des solides totaux dans l'échantillon (mg/l);
- A : poids de la capsule + solides (g) (après séchage à 103-105 °C);
- B : poids de la capsule vide (g);
- D : volume d'échantillon utilisé (ml);
- 1 000 : facteur de conversion entre les g et les mg;
- 1 000 : facteur de conversion entre les l et les ml.

Pour les échantillons de boues, les résultats sont **exprimés en mg/kg** base humide selon l'équation suivante :

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

où

- C : concentration des solides totaux dans l'échantillon (mg/kg);
- A : poids de la capsule + solides (g) (après séchage à 103-105 °C);
- B : poids de la capsule vide (g);
- D : poids de l'échantillon utilisé (g);
- 1 000 : facteur de conversion entre les g et les mg;
- 1 000 : facteur de conversion entre les kg et les g.

8.2. SOLIDES TOTAUX VOLATILS

Pour les échantillons liquides, les résultats sont **exprimés en mg/l** selon l'équation suivante :

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

où

- C : concentration des solides totaux volatils dans l'échantillon (mg/l);
- A : poids de la capsule + solides avant la calcination (g) (après séchage à 103-105 °C);
- E : poids de la capsule + solides après la calcination (g) (après calcination à 550 °C);
- D : volume d'échantillon utilisé (ml);
- 1 000 : facteur de conversion entre les g et les mg;
- 1 000 : facteur de conversion entre les l et les ml.

Pour les échantillons de boues, les résultats sont **exprimés en mg/kg** base humide selon l'équation suivante :

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

où

- C : concentration des solides totaux volatils dans l'échantillon (mg/kg);
- A : poids de la capsule + solides avant la calcination (g) (après séchage à 103-105 °C);
- E : poids de la capsule + solides après la calcination (g) (après 550 °C);
- D : poids d'échantillon utilisé (g);
- 1 000 : facteur de conversion entre les g et les mg;
- 1 000 : facteur de conversion entre les kg et les g.

8.3. HUMIDITÉ, POIDS SEC, MATIÈRE SÈCHE ET SICCIÉTÉ

Les résultats sont **exprimés en pourcentage** d'après l'équation suivante :

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

$$P_s = 100 - P_H$$

où

- P_H : pourcentage d'humidité (%);
- P_s : pourcentage de solide, pourcentage de poids sec, pourcentage de matière sèche 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. MATIÈRES VOLATILES À 550 °C, MATIÈRE ORGANIQUE À 550 °C OU POURCENTAGE DE CENDRES

Les résultats sont exprimés en **pourcentage base sèche** d'après l'équation suivante :

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

$$P_c = 100 - P_{550}$$

où

- P₅₅₀ : pourcentage de matières volatiles **ou organiques** à 550 °C (%);
- P_c : pourcentage de cendres (%);
- A : poids du godet + échantillon séché à 103-105 °C (g);
- B : poids du godet + échantillon calciné à 550 °C (g);
- C : poids du godet (g);
- 100 : facteur de conversion en pourcentage.

8.5. MATIÈRE ORGANIQUE À 375 °C POUR LES SOLS AGRICOLES (PERTE AU FEU)

Les résultats sont exprimés **en pourcentage base sèche** d'après l'équation suivante :

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

où

- P_{MO} : pourcentage de matière organique à 375 °C ou perte au feu (%);
- A : poids de la capsule + échantillon séché à **150 °C** (g);
- B : poids de la capsule + échantillon calciné à 375 °C (g);
- C : poids de la capsule (g);
- 100 : facteur de conversion en pourcentage.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont définis dans le document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

- La différence de poids du blanc de méthode analytique avant et **après le traitement thermique** ne doit pas être 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

- En ce qui concerne les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les résultats doivent se situer dans l'intervalle défini par le responsable désigné.
- Les résultats obtenus pour l'analyse des duplicatas et des répliqués pour les liquides ne doivent pas varier de plus de 10 % lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification. Les résultats obtenus pour l'analyse des duplicatas et des répliqués pour les boues ne doivent pas varier de plus de 20 % lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification. Pour l'humidité, la matière organique à 375 °C et les matières volatiles à 550 °C, les résultats des duplicatas et des répliqués ne doivent pas varier de plus de 2 % en valeur absolue.
- Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 70 % et 130 % pour les liquides et entre 50 % et 150 % pour les solides.

10. BIBLIOGRAPHIE

NOTE - Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 22nd Edition, 2012.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01. En ligne. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf].

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC. En ligne. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf].

CONSEIL DES PRODUCTIONS VÉGÉTALES DU QUÉBEC. *Détermination de la matière organique par incinération*, Agdex 533, Méthode MA-2, juin 1999, 1 p.

OFFICE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY ENGINEERING AND ANALYSIS DIVISION. *Total, fixed and volatile solids in water, solids and biosolids*, U.S. Environmental Protection Agency, 2001. En ligne. [http://water.epa.gov/scitech/methods/cwa/bioindicators/upload/2008_11_25_methods_method_biological_1684-bio.pdf].