

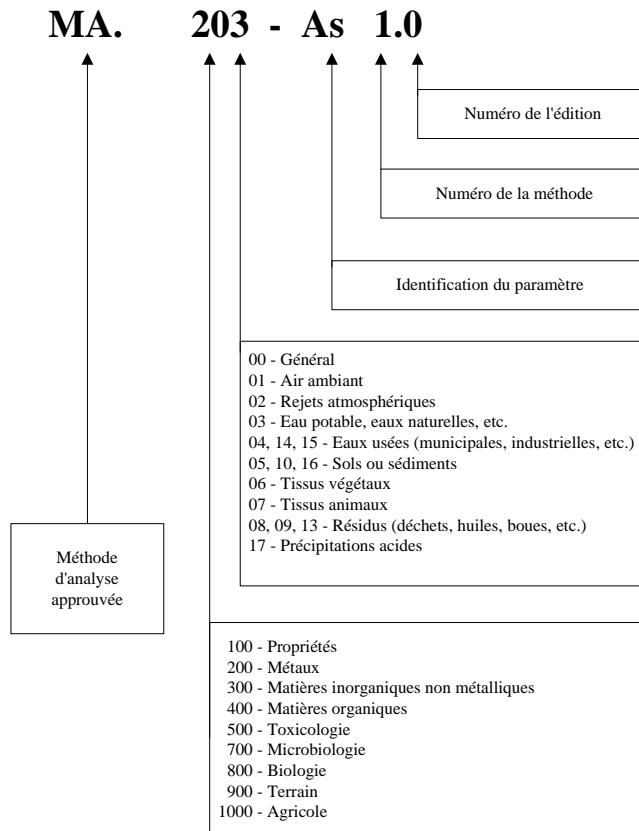
# Méthode d'analyse



## MA. 108 – Cor. 2.1

Détermination de la corrosivité : méthode gravimétrique

## 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 la corrosivité : méthode gravimétrique, MA. 108 – Cor. 2.1, Rév. 1,*  
Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, 2011, 11 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@mddep.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2011

## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. INTERFÉRENCE	5
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	5
5. APPAREILLAGE	5
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	6
7.1. Préparation des étalons d'acier	6
7.2. Préparation des échantillons	7
7.3. Mesure de la corrosion	7
7.4. Préparation spéciale de la verrerie	8
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	8
8.1. Détermination de la surface de l'étalon	8
8.2. Détermination du taux de corrosion avec l'étalon d'acier	9
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	9
10. BIBLIOGRAPHIE	9
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 ou dans le mélange d'un échantillon solide avec de l'eau.

La limite de détection rapportée est de 2 mm/an et il n'y a pas de limite maximale pour le domaine d'application.

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

La mesure de la corrosivité s'effectue sur les échantillons liquides en ajoutant un morceau d'acier de type SAE 1020 préalablement pesé dans l'échantillon. Pour les échantillons solides, un poids d'eau égal au poids de solide est ajouté avant l'ajout du morceau d'acier. La corrosivité de l'échantillon est déterminée en mesurant la perte de poids du morceau d'acier qui a été en contact avec l'échantillon pendant 24 heures à 55 °C.

### 3. INTERFÉRENCE

La surface de l'étalon d'acier doit être nettoyée de toute pellicule graisseuse 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.

### 4. PRÉLÈVEMENT ET 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  $15 \pm 2$  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  $15 \pm 2$  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 (cm<sup>2</sup>);
- 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 (cm<sup>2</sup>);
- T : temps (heures).

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

- En ce qui concerne les matériaux de référence, les résultats doivent se situer dans l'intervalle défini par le responsable désigné.
- Le poids de l'étalon d'acier doit être au minimum 12 g avant d'entreprendre l'analyse.
- Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicatas ou de répliqués ne doivent pas différer de plus de 25 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
- 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 les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01\\_lignes\\_dir\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf)]

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 du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09\\_01.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09_01.pdf)]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC\\_protocole\\_val\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf)]

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.

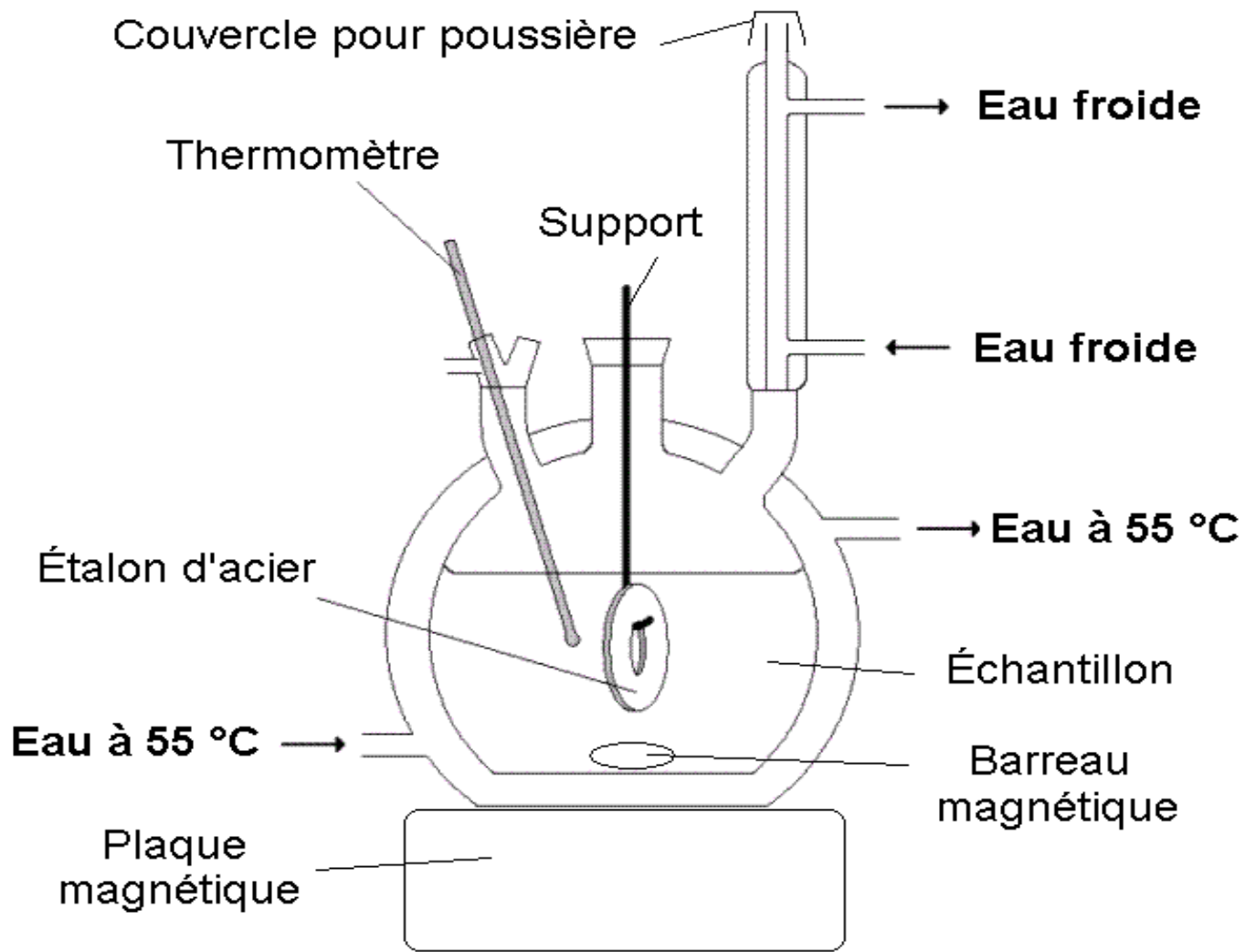


Figure 1 - Schéma représentant le ballon pour mesurer la corrosion