

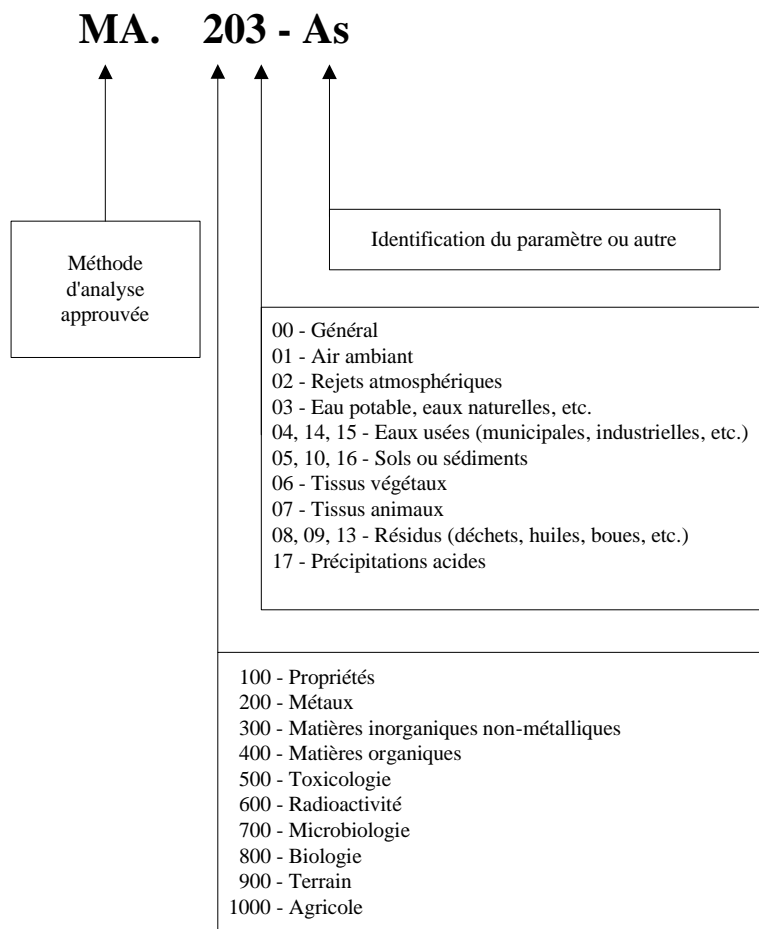
# Méthode d'analyse



## MA. 115 – S.D. 1.0

Détermination des solides dissous totaux et 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 (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).

Référence à citer :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.  
*Détermination des solides dissous totaux et volatils: méthode gravimétrique*, MA. 115 – S.D. 1.0, Rév. 4, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2014, 9 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, 2014

## 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                          | 6 |
| 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS                   | 6 |
| 7. PROTOCOLE D'ANALYSE                   | 6 |
| 7.1. Conditionnement des capsules        | 6 |
| 7.2. Dosage                              | 7 |
| 7.3. Préparation spéciale de la verrerie | 7 |
| 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS    | 8 |
| 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ              | 8 |
| 10. BIBLIOGRAPHIE                        | 9 |



## INTRODUCTION

Les solides dissous sont constitués principalement de substances inorganiques dissoutes dans l'eau. Les principaux constituants des solides dissous sont les chlorures, les sulfates, les bicarbonates, le calcium, le magnésium et le sodium.

Ils proviennent de sources naturelles, d'effluents municipaux et industriels, du ruissellement des terres agricoles et des retombées de matières particulaires atmosphériques. L'influence la plus importante qu'exercent les solides dissous sur la qualité de l'eau est l'altération du goût. Ils provoquent parfois un entartrage des canalisations.

La détermination des solides dissous est exigée dans le Règlement sur le prélèvement des eaux et leur protection.

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des solides dissous totaux et volatils dans les échantillons aqueux.

Pour un volume de 100 ml, la limite de détection rapportée est de 9 mg/l et le domaine d'application se situe entre 9 et 5 000 mg/l. Un volume d'échantillon plus petit ou plus grand que 100 ml permet un domaine d'application plus grand.

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le filtrat d'un échantillon est évaporé dans une capsule préalablement pesée. Lorsque l'évaporation est terminée, le résidu est séché à 104 °C et pesé de nouveau. Le poids de solides dissous est obtenu par différence des poids.

La quantité de solides dissous volatils est obtenue par la différence entre le poids du résidu calciné à 550 °C et celui séché à 104 °C.

### 3. INTERFÉRENCE

Une eau fortement minéralisée dont le contenu est hygroscopique requiert un temps de séchage prolongé. Une autre interférence est la perte de certaines matières volatiles à 104 °C.

Pour les solides dissous volatils, l'interférence la plus importante est causée par la matière inorganique instable à 550 °C.

### 4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

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

Conserver l'échantillon en le réfrigérant entre 0 °C et 6 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 7 jours.

## 5. APPAREILLAGE

- 5.1. Pompe à vide avec un erlenmeyer à vide et un entonnoir à filtration de type Büchner
- 5.2. Étuve à une température de 104 °C ± 1 °C
- 5.3. Fournaise à moufle à une température de 550 °C ± 50 °C
- 5.4. Dessiccateur
- 5.5. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg
- 5.6. Filtre Whatman 934 AH 47 mm ou l'équivalent
- 5.7. Capsule en porcelaine pour évaporation avec un diamètre minimal de 9 cm

## 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

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

- 5.1. Agent dessicatif (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.

### 7.1. CONDITIONNEMENT DES CAPSULES

- Éviter de manipuler les capsules avec les doigts et les entreposer à l'abri des poussières et des saletés.
- Conditionner les capsules en porcelaine à la fournaise à moufle à 550 °C pendant au moins 1 heure.
- Laisser refroidir dans un dessiccateur pendant au moins 4 heures.

## 7.2. DOSAGE

**NOTE – Une capsule vide suit le cheminement et est utilisée comme témoin.**

- Peser la capsule conditionnée à l'aide d'une balance analytique.
- Conditionner le filtre (Whatman 934 AH ou l'équivalent) en le lavant avec 3 portions successives de 20 ml d'eau. Jeter l'eau de lavage.
- Homogénéiser l'échantillon.
- Filtrer un volume mesuré d'échantillon homogène au travers d'un filtre conditionné (maximum 100 ml, de façon à mesurer un maximum de 500 mg de solides dissous) dans un erlenmeyer à vide. Un volume d'eau supérieur à 100 ml peut être utilisé si une limite de détection inférieure est souhaitée. Noter le volume d'échantillon utilisé.
- Laver le filtre avec 3 portions successives de 10 ml d'eau et conserver les eaux de rinçage.
- Verser le filtrat et les eaux de rinçage dans la capsule préalablement pesée. Rincer l'erlenmeyer avec un peu d'eau et transférer dans la capsule.
- Transférer la capsule à l'étuve, à 104 °C, pendant une nuit.
- Laisser refroidir au dessiccateur pendant un minimum de 4 heures. Peser la capsule. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, peser la capsule jusqu'à l'obtention d'un poids constant, c'est-à-dire que la différence entre 2 pesées successives soit inférieure à 1 mg, en répétant le cycle (séchage-refroidissement-pesage).
- Pour la détermination des solides dissous volatils, chauffer pendant un minimum de 2 heures la capsule (ayant servi à la détermination des solides dissous à 104 °C) dans la fournaise à moufle à 550 °C.
- 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) n'est pas respecté, peser la capsule jusqu'à l'obtention d'un poids constant, c'est-à-dire que la différence entre 2 pesées successives soit inférieure à 1 mg, en répétant le cycle (chauffage - refroidissement - pesage).

## 7.3. 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 dissous.

## 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont exprimés d'après l'équation suivante :

### Solides dissous

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

où

- E : concentration des solides dissous contenus dans l'échantillon (mg/l);
- A : poids de la capsule + solides (g) (après 104 °C);
- B : poids de la capsule vide (g);
- D : volume d'échantillon utilisé (ml).

### Solides dissous volatils

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

où

- E : concentration des solides dissous volatils contenus dans l'échantillon (mg/l);
- A : poids de la capsule + solides avant la calcination (g) (après 104 °C);
- D : poids de la capsule + solides après la calcination (g) (après 550 °C);
- B : volume d'échantillon utilisé (ml).

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

- La valeur du témoin ne doit pas excéder 0,0015 g.
- 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 de duplicatas ou de répliqués ne doivent pas différer de plus de 10 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
- Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement 70 % et 130 %.



## 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 du Québec, 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. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 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)]

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. *Residue, Non-Filterable (Gravimetric, Dried at 103-105 °C)*, 1971 [[https://www.uvm.edu/bwrl/lab\\_docs/protocols/106.2\\_TSS\\_by\\_gravimetry\\_\(EPA\\_1971\).pdf](https://www.uvm.edu/bwrl/lab_docs/protocols/106.2_TSS_by_gravimetry_(EPA_1971).pdf)]