

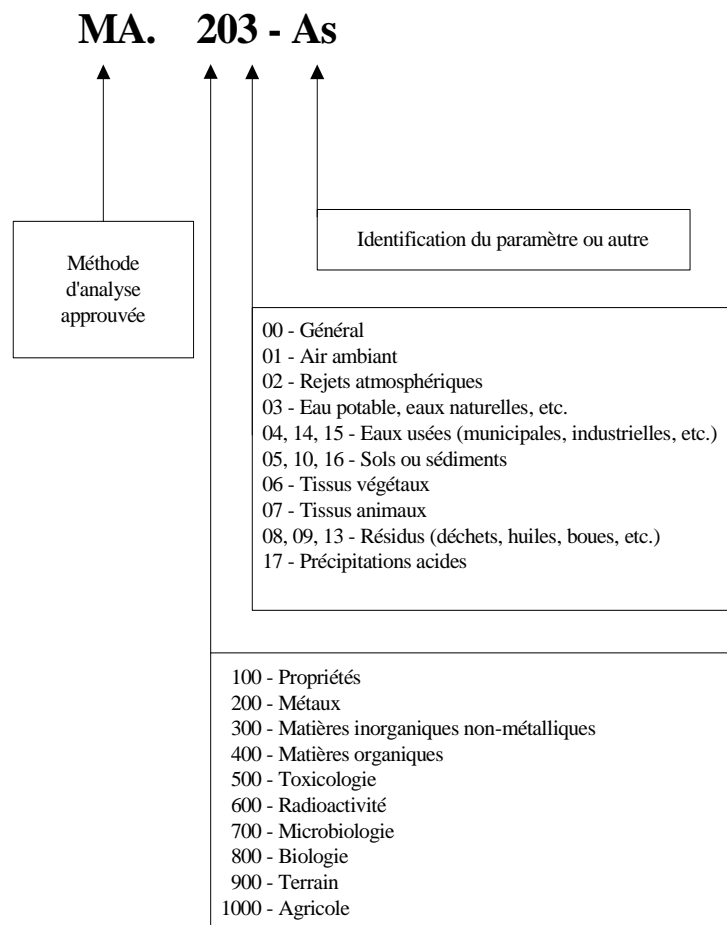
Méthode d'analyse



MA. 115 – S.S. 1.2

Détermination des solides en suspension 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 en suspension totaux et volatils : méthode gravimétrique,
MA. 115 – S.S. 1.2, Rév. 3, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et
de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 2015, 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@mddelcc.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2015

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|--|----|
| INTRODUCTION | 5 |
| 1. DOMAINE D'APPLICATION | 5 |
| 2. PRINCIPE ET THÉORIE | 6 |
| 3. INTERFÉRENCE | 6 |
| 4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION | 6 |
| 5. APPAREILLAGE | 6 |
| 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS | 7 |
| 7. PROTOCOLE D'ANALYSE | 7 |
| 7.1. Conditionnement des filtres | 7 |
| 7.2. Dosage | 7 |
| 7.3. Préparation spéciale de la verrerie | 9 |
| 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS | 9 |
| 8.1. Matières en suspension | 9 |
| 8.2. Matières en suspension volatiles | 10 |
| 8.3. Matières décantables | 10 |
| 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ | 10 |
| 10. BIBLIOGRAPHIE | 11 |

INTRODUCTION

Les solides en suspension (ou matières en suspension) sont constitués par la matière en suspension dans l'eau. Ils proviennent de sources naturelles, d'effluents municipaux et industriels, du ruissellement des terres agricoles et des retombées de matières particulaires atmosphériques. Les eaux avec des niveaux élevés de solides en suspension peuvent provoquer des inconvénients dans certains procédés industriels.

Les solides en suspension sont mentionnés dans les règlements suivants : le Règlement sur les attestations d'assainissement en milieu industriel, le Règlement sur les ouvrages municipaux d'assainissement des eaux usées, le Règlement sur le prélèvement des eaux et leur protection, le Règlement sur les carrières et sablières, le Règlement sur l'enfouissement et l'incinération des matières résiduelles, le Règlement sur les fabriques de pâtes et papiers et le Règlement sur les usines de béton bitumineux.

De plus, certains guides suggèrent de mesurer les solides en suspension après décantation des particules durant un certain temps. Par exemple, le *Guide d'aménagement des lieux d'élimination de neige*, le *Guide technique sectoriel pour l'industrie de l'abattage animal* et le *Guide sur l'utilisation de matières résiduelles fertilisantes (MRF) pour la restauration de la couverture végétale de lieux dégradés*.

1. DOMAINE D'APPLICATION

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

La limite de détection rapportée et le domaine d'application sont indiqués dans le tableau suivant :

| Mesurande | Limite de détection rapportée (mg/l) | Domaine d'application (mg/l) |
|---------------------------------------|--------------------------------------|------------------------------|
| Solides en suspension | 1 | 1 à 20 000 |
| Solides en suspension volatils | 1 | 1 à 20 000 |
| Solides en suspension non décantables | 5 | 5 à 20 000 |

Une limite de détection plus basse peut être obtenue en filtrant un volume d'échantillon plus grand. Des concentrations plus importantes peuvent être rapportées en utilisant un volume d'échantillon plus petit.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

La détermination des solides en suspension est faite en filtrant une portion d'échantillon au travers d'un filtre Whatman 934 AH préalablement pesé. Lorsque la filtration est terminée, le résidu est séché à 103-105 °C et pesé de nouveau. Le poids de solides en suspension est obtenu en effectuant la différence des poids.

Pour les solides en suspension décantables, une portion de l'échantillon est décantée pendant un certain temps, puis la quantité de solides en suspension est déterminée. La différence entre les solides en suspension totaux et les solides en suspension non décantables donne la concentration de solides en suspension décantables.

La quantité de solides en suspension volatils est obtenue en calculant la différence entre le poids du résidu calciné à 550 °C et celui séché à 103-105 °C.

3. INTERFÉRENCE

Pour les solides en suspension, la principale interférence est la perte de certains composés solubles dans l'eau mais volatils à 103-105 °C. Pour les solides en suspension 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.

Pour la détermination des solides en suspension, aucun agent de conservation n'est requis.

Conserver l'échantillon en 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. Rampe de filtration et entonnoir à filtration
- 5.2. Filtre Whatman 934 AH 47 mm ou l'équivalent
- 5.3. Étuve à une température de 104 °C ± 1 °C
- 5.4. Fournaise à moufle à une température de 550 °C ± 50 °C
- 5.5. Dessiccateur
- 5.6. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg
- 5.7. Pompe à vide
- 5.8. Plaque agitatrice

5.9. Chronomètre

5.10. Cône Imhoff ou becher de 1 litre pour la décantation des solides.

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

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

6.1. Agent dessiccatif (ex. : Drierite)

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité 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 FILTRES

- Placer le filtre sur l'entonnoir.
- Appliquer le vide et laver les filtres avec 3 portions successives de 20 ml d'eau déminéralisée. Laisser le vide pour enlever l'eau sur les filtres.
- Conditionner les filtres et les cupules d'aluminium en les chauffant dans une fournaise à moufle à 550 °C pendant au moins une heure.
- Laisser refroidir le filtre et les cupules d'aluminium dans un dessiccateur jusqu'à ce que la température atteigne la température ambiante.
- Peser le filtre et la cupule.

7.2. DOSAGE

7.2.1. Détermination des solides en suspension non décantables

7.2.1.1 Solides en suspension non décantables comme le recommande le *Guide d'aménagement des lieux d'élimination de neige* (décantation de 15 minutes)

- Homogénéiser l'échantillon et le verser dans un becher de 1 litre jusqu'à ce qu'il y ait 12,5 cm d'eau dans le becher.

- Homogénéiser l'échantillon à l'aide d'un agitateur magnétique. Arrêter l'agitation et chronométrer pendant 15 minutes.
- Prélever une portion d'échantillon à 1 cm du fond par siphon et mesurer les matières en suspension comme il est indiqué à la section 7.2.2.

7.2.1.2 Détermination des solides en suspension non décantables autres que ceux de la section 7.2.1.1

- Homogénéiser l'échantillon et le verser dans un cône Imhoff jusqu'à la jauge de 1 000 ml.
- Laisser reposer l'échantillon pendant le temps nécessaire (selon la demande).
- Sans remuer l'échantillon, prélever avec une pipette à large ouverture 100 ml de la solution à partir du point se situant entre 400 et 600 ml.
- Déterminer les solides en suspension comme il est indiqué à la section 7.2.2

7.2.2. Détermination des solides en suspension

- Peser le filtre et la cupule d'aluminium à l'aide d'une balance analytique.
- Un filtre de même type suit le cheminement et est utilisé comme témoin.
- Placer le filtre sur l'appareil à filtration et appliquer le vide. Mouiller le filtre avec un petit volume d'eau.
- Homogénéiser l'échantillon en agitant avec un barreau aimanté dans la bouteille de façon à obtenir une distribution homogène des particules. Tout en continuant à agiter, prendre une portion de l'échantillon avec une pipette à large bout. La pipette devrait être placée au centre de la bouteille mais en évitant de la placer dans le vortex produit par le barreau magnétique. La pipette doit donc être placée entre la paroi de la bouteille et le centre du vortex.

NOTE – L'échantillon peut être prélevé avec un cylindre gradué après avoir homogénéisé l'échantillon manuellement.

- Filtrer un volume d'échantillon homogène à travers le filtre de façon à mesurer un maximum de 200 mg de matières en suspension.

NOTE – Si la filtration de l'échantillon prend plus de 10 minutes, reprendre l'analyse en diminuant le volume d'échantillon filtré.

- Noter le volume d'échantillon filtré.

- Laver le cylindre avec 3 portions de 10 ml d'eau que l'on videra sur le filtre en s'assurant que tout le filtre est bien rincé. Attendre que l'eau soit filtrée avant d'ajouter une autre portion de 10 ml.

NOTE – S'il est connu que l'échantillon contient une grande quantité de solides dissous, utiliser 5 portions de 10 ml d'eau pour le rinçage du filtre.

- Maintenir la filtration sous vide 3 minutes après le dernier rinçage.
- Remettre le filtre dans sa cupule.
- Faire sécher à l'étuve à 103-105 °C pendant une nuit.
- Laisser refroidir au dessiccateur pendant un minimum de 4 heures. Peser le filtre et la cupule. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, répéter le cycle séchage, mise au dessiccateur et pesage des filtres jusqu'à l'obtention d'un poids constant ou jusqu'à ce que le changement soit inférieur à 0,5 mg.
- Pour la détermination des matières en suspension volatiles, chauffer pendant un minimum de deux heures le filtre et la cupule dans la fournaise à moufle à 550 °C.
- Laisser refroidir le filtre au dessiccateur (un minimum de 4 heures). Peser le filtre et la cupule. Si le temps de calcination (2 heures) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, répéter le cycle calcination, mise au dessiccateur et pesage des filtres jusqu'à l'obtention d'un poids constant ou jusqu'à ce que le changement soit inférieur à 0,5 mg.

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 en suspension.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

8.1. MATIÈRES EN SUSPENSION

$$E = \frac{(A - B) \times 1\,000\,000}{D}$$

où

E : quantité de matières en suspension (mg/l);

A : poids du filtre + solides (g) (après 103-105 °C);

B : poids du filtre vierge (g) (avant 103-105 °C);
D : volume d'échantillon utilisé (ml).

8.2. MATIÈRES EN SUSPENSION VOLATILES

$$E = \frac{(A - F) \times 1\,000\,000}{D}$$

où

E : quantité de matières en suspension volatiles (mg/l);
A : poids du filtre + solides avant calcination (g) (après 103-105 °C);
F : poids du filtre + solides après calcination (g) (après 550°C);
D : volume d'échantillon utilisé (ml).

8.3. MATIÈRES DÉCANTABLES

$$E = S - \frac{(A - B) \times 1\,000\,000}{D}$$

où

E : quantité de matières en suspension décantables (mg/l);
S : quantité de matières en suspension totales avant décantation (mg/l);
A : poids du filtre + solides (g) pour les solides en suspension non décantables (après 103-105 °C);
B : poids du filtre vierge (g) pour les solides en suspension non décantables (avant 103-105 °C);
D : volume d'échantillon utilisé (ml).

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

- La différence de poids du blanc de méthode analytique avant et après le séchage à 103-105 °C ne doit pas avoir une différence supérieure à 0,0015 g.
- En ce qui concerne les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères sont définis par le responsable désigné.
- Les résultats des duplicatas et des répliqués ne doivent pas varier de plus de 5 mg/l si la concentration de solides en suspension est inférieure à 10 fois la limite de quantification de la méthode, et de 10 % si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

- Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 70 % et 130 %.

10. BIBLIOGRAPHIE

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

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec. [<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>]

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]

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 de la Lutte contre les changements climatiques. Édition courante. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS. *Guide d'aménagement des lieux d'élimination de neige et mise en œuvre du Règlement sur les lieux d'élimination de neige*. [http://www.mddep.gouv.qc.ca/matieres/neiges_usees/index.htm]