

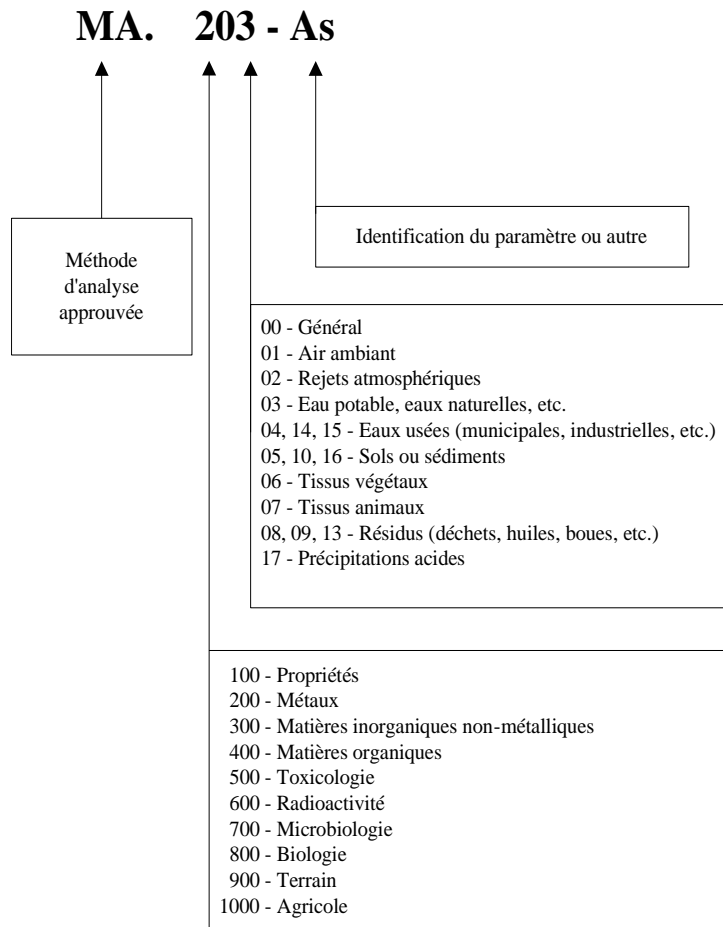
Méthode d'analyse



MA. 110 – C. neu 1.0

Détermination de la capacité de neutralisation des
résidus solides

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 de la capacité de neutralisation des résidus solides*, MA. 110 – C. neu. 1.0, Rév. 5, 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	5
3. INTERFÉRENCE	5
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	5
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1 Préparation de l'échantillon	7
7.2 Étalonnage du pH-mètre	7
7.3 Étalonnage de la solution d'acide nitrique 2,0 N	7
7.4 Dosage	8
7.5 Préparation spéciale de la verrerie	9
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	10
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	10
10. BIBLIOGRAPHIE	10

INTRODUCTION

La capacité de neutralisation d'un résidu solide est un test qui détermine la capacité tampon d'un résidu et qui sert par le fait même d'indicateur de la mobilité potentielle des contaminants. Ce test est mentionné dans le *Guide de valorisation des résidus inorganiques industriels non dangereux comme matériau de construction*.

Cette méthode est basée sur la méthode publiée par Environnement Canada, intitulée *Acid neutralization capacity*.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cet essai est utilisé pour déterminer la capacité de neutralisation des résidus solides.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Dans la première étape, le résidu solide est séché et tamisé à une grosseur inférieure à 100 mesh.

Dans la seconde étape, le solide est mis en contact avec une série de 4 solutions d'acide nitrique de concentrations diverses et agité pendant 24 heures à la température ambiante. Après centrifugation, le pH est mesuré sur le surnageant. Ce prétest permet de choisir une cédule d'addition d'acide.

Dans la troisième étape, le solide est mis en contact avec une série de 11 solutions d'acide nitrique de concentrations diverses et agité pendant 48 heures à la température ambiante. Après centrifugation, le pH est mesuré sur le surnageant. La première solution dont le pH est inférieur à 9 est rapportée dans un tableau qui exprime la capacité de neutralisation en eq/kg.

3. INTERFÉRENCE

Sans objet.

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* du site Internet du CEAEQ.

Prélever un échantillon représentatif d'un poids minimum de 250 g dans un contenant.

Aucun agent de préservation n'est ajouté. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder six mois.

5. APPAREILLAGE

Les marques de commerce apparaissant ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1. Broyeur capable de réduire un solide à une taille inférieure à 100 mesh
- 5.2. **Agitateur par culbutage à 29 ± 2 tours/min**
- 5.3. Étuve à $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$
- 5.4. pH-mètre
- 5.5. Tubes en polypropylène de 50 ml avec bouchon
- 5.6. Centrifugeuse
- 5.7. Tamis 100 mesh
- 5.8. Balance analytique
- 5.9. Plaque agitatrice

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire. L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée.

À moins d'indication contraire, les solutions préparées peuvent être conservées indéfiniment à la température ambiante. Elles doivent cependant être refaites si un changement de couleur est noté ou s'il y a formation de précipité.

- 6.1. Acide nitrique, HNO_3 (CAS n° 7697-37-2)
- 6.2. Carbonate de sodium, Na_2CO_3 (CAS n° 497-19-8)
- 6.3. Solutions tampons pour étalonner le pH-mètre
- 6.4. Solution d'acide nitrique d'environ 2,0 N

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer 125 ml de HNO_3 (cf. 6.1) dans environ 700 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.5 Solution de carbonate de sodium d'environ 0,4 N

Sécher du Na_2CO_3 (cf. 6.2) pendant 4 heures à environ 250 °C. Laisser refroidir dans un dessiccateur, peser exactement environ 5,30 g de Na_2CO_3 (cf. 6.2) et le dissoudre dans environ 100 ml d'eau. Compléter à 250 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve une semaine.

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 (matériaux de référence pour le pH, etc.).

7.1 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

- L'échantillon est séché à 105 °C.
- L'échantillon est broyé au besoin de façon à obtenir une granulométrie inférieure à 100 mesh.

7.2 ÉTALONNAGE DU pH-MÈTRE

- Vérifier la condition de l'électrode et dégager l'orifice.
- Étalonner le pH-mètre à l'aide de solutions tampons (cf. 6.3).

7.3 ÉTALONNAGE DE LA SOLUTION D'ACIDE NITRIQUE 2,0 N

Note – La solution doit être étalonnée à tous les 6 mois.

- Introduire à l'aide d'une pipette 40 ml de la solution de Na_2CO_3 (cf. 6.5) d'environ 0,4 N dans un becher de 250 ml.
- Diluer à environ 100 ml avec de l'eau et titrer avec la solution d'acide nitrique d'environ 2 N (cf. 6.4) jusqu'à un pH de 4,5. Noter le volume ajouté.

La concentration de HNO_3 exprimée en normalité est calculée de la façon suivante :

$$N = \frac{A \times B}{53 \times C \times V}$$

où

N : normalité de la solution de HNO_3 (N);

- A : poids de Na_2CO_3 utilisé pour la préparation de la solution de Na_2CO_3 d'environ 0,4 N (g);
- B : volume de la solution de Na_2CO_3 d'environ 0,4 N utilisé (40 ml);
- C : volume de la solution de HNO_3 utilisé (ml);
- V : volume de Na_2CO_3 préparé (l);
- 53 : poids d'un équivalent de Na_2CO_3 exprimé en g.

7.4 DOSAGE

La détermination de la capacité de neutralisation d'un résidu s'effectue en ajoutant différentes quantités d'acide nitrique au résidu. Pour déterminer les quantités d'acide à ajouter, effectuer le prétest indiqué à la section 7.4.1.

Note – Faire les ajouts d'acide sous la hotte car il peut y avoir un dégagement rapide de gaz. Après les ajouts d'acide, remuer légèrement le contenu jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d'effervescence.

7.4.1 Prétest

- Dans quatre tubes en polypropylène de 50 ml, peser environ 5,0 g d'échantillon séché et tamisé à 100 mesh.
- Ajouter dans chaque tube la quantité d'eau et de HNO_3 2,0 N (cf. 6.4) selon le tableau suivant :

Numéro du tube	Eau (ml)	HNO_3 2N (ml)
0	30	0
1	20	10
2	10	20
3	0	30

- Fermer les tubes et les brasser pour homogénéiser le contenu. Ouvrir les bouchons pour évacuer les gaz et refermer les bouchons.
- Placer les tubes dans l'agitateur par culbutage et agiter pendant 24 heures \pm 0,5 heure à une vitesse de rotation d'environ 29 ± 2 tours/min.
- Centrifuger les tubes pendant 10 minutes.
- Mesurer le pH du surnageant de chaque tube selon la méthode MA. 100 – pH 1.1.
- Prendre en note le numéro du tube le moins élevé dont le pH est inférieur à 9. Ce numéro correspond au numéro de la cédule à utiliser pour la suite du test. Si aucun des tubes a un pH inférieur à 9, ne pas procéder à la suite du test et indiquer que la capacité de neutralisation de l'échantillon est $> 12,0$ eq/kg. Si tous les tubes ont un pH inférieur à 9,

ne pas procéder à la suite du test et indiquer que la capacité de neutralisation de l'échantillon est de 0,0 eq/kg.

7.4.2 Mesure de la capacité de neutralisation

- Peser environ 5,0 g d'échantillon séché et tamisé à 100 mesh dans 11 tubes de polypropylène de 50 ml.
- Utiliser l'une des trois cédules suivantes selon le résultat du prétest :

Cédule n° 1

Numéro du tube	Eau (ml)	HNO ₃ 2 N (ml)
0	30	0
1	29	1
2	28	2
3	27	3
4	26	4
5	25	5
6	24	6
7	23	7
8	22	8
9	21	9
10	20	10

Cédule n° 2

Numéro du tube	Eau (ml)	HNO ₃ 2 N (ml)
0	30	0
1	28	2
2	26	4
3	24	6
4	22	8
5	20	10
6	18	12
7	16	14
8	14	16
9	12	18
10	10	20

Cédule n° 3

Numéro du tube	Eau (ml)	HNO ₃ 2 N (ml)
0	30	0
1	27	3
2	24	6
3	21	9
4	18	12
5	15	15
6	12	18
7	9	21
8	6	24
9	3	27
10	0	30

- Fermer les tubes et les brasser pour homogénéiser le contenu. Ouvrir les bouchons pour évacuer les gaz et refermer les bouchons.
- Placer les tubes dans l'agitateur par culbutage et agiter pendant 48 heures \pm 0,5 heure à une vitesse de rotation d'environ 29 ± 2 tours/min.
- Centrifuger les tubes pendant 10 minutes.
- Mesurer le pH du surnageant de chaque tube selon la méthode MA. 100 – pH 1.1.
- Prendre en note le numéro du tube le moins élevé dont le pH est inférieur à 9.

7.5 PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour cette méthode.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Rapporter le numéro du tube obtenu lors de la mesure de la capacité de neutralisation (cf. 7.4.2) dans le tableau correspondant à la cédule utilisée.

Cédule n° 1		Cédule n° 2		Cédule n°3	
Numéro du tube	Capacité de neutralisation (eq/kg)	Numéro du tube	Capacité de neutralisation (eq/kg)	Numéro du tube	Capacité de neutralisation (eq/kg)
0	0,0	0	0,0	0	0,0
1	0,4	1	0,8	1	1,2
2	0,8	2	1,6	2	2,4
3	1,2	3	2,4	3	3,6
4	1,6	4	3,2	4	4,8
5	2,0	5	4,0	5	6,0
6	2,4	6	4,8	6	7,2
7	2,8	7	5,6	7	8,4
8	3,2	8	6,4	8	9,6
9	3,6	9	7,2	9	10,8
10	4,0	10	8,0	10	12,0

La capacité de neutralisation de l'échantillon est exprimée en eq/kg (base sèche).

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Cette méthode nécessite la détermination du pH. Par conséquent, les critères d'acceptabilité utilisés dans cette méthode sont ceux indiqués dans la méthode MA. 100 – pH 1.1.

10. BIBLIOGRAPHIE

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 des Parcs du Québec. [<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination du pH : méthode électrométrique*, MA. 100 – pH 1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/MA100pH11.pdf>

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 du Québec, Édition courante. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT DU QUÉBEC, *Guide de valorisation des résidus inorganiques industriels non dangereux comme matériau de construction*, Direction des politiques du secteur industriel, 2002, 47 p. http://www.mddep.gouv.qc.ca/matieres/mat_res/inorganique/matiere-residuelle-inorganique.pdf

ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA, *Investigation of Test Methods for Solidified Waste Evaluation – A Cooperative Program, Appendix b: Test Methods for Solidified Waste Evaluation, B11 Acid neutralization capacity*, TS-15, 1991.