

Méthode d'analyse

MA. 100 – S.T. 1.1

2024-12-23 (révision 7)

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

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974
Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp
Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements
climatiques, de la Faune et des Parcs
675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2025
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-555-00197-8 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2025

TABLE DES MATIÈRES

1.	Domaine d'application	1
2.	Principe et théorie	2
3.	Interférence	2
4.	Conservation	3
5.	Matériel et appareillage	3
6.	Réactifs et étalons	3
7.	Protocole d'analyse	4
7.1	Préparation spéciale de la verrerie	4
7.2	Conditionnement des capsules en porcelaine	4
7.3	Dosage des solides totaux ou solides totaux volatils	4
7.4	Humidité, matières volatiles à 550 °C, matières organiques à 550 °C et cendres dans les solides	5
7.5	Matière organique à 375 °C dans les sols agricoles et les amendements calciques ou magnésiens	5
8.	Calcul et expression des résultats	6
9.	Critères d'acceptabilité	9
10.	Bibliographie	9

1. Domaine d'application

Cette méthode 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 ainsi que le pourcentage de matière organique dans les échantillons de sols agricoles.

La méthode de détermination des solides totaux est basée sur la méthode « Total solids dried at 103-105 °C », de *Standard Methods for the Evaluation of Water and Wastewater*. La méthode de détermination des solides totaux volatils est basée sur la méthode « Fixed and volatile solids ignited at 550 °C », de *Standard Methods for the Evaluation of Water and Wastewater*.

La méthode de détermination du pourcentage d'humidité est adaptée de la méthode « Total solids dried at 103-105 °C », de *Standard Methods for the Evaluation of Water and Wastewater*. La méthode de détermination de la matière volatile à 550 °C est adaptée de la méthode 1684, *Total, Fixed and volatile solids in water, solids and biosolids* de la U.S. Environmental Protection Agency.

L'analyse de la matière organique est exigée dans le Règlement sur les exploitations agricoles. 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.

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 %

Matières organiques 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 en calculant 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 en calculant la différence entre le poids du résidu calciné à 550 °C et celui du résidu 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 en calculant la différence entre les 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 en calculant la différence entre le poids du résidu calciné à 550 °C et celui du résidu 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 en calculant la différence entre le poids du résidu calciné à 375 °C et celui du résidu séché à 150 °C.

3. Interférence

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

4. Conservation

Les échantillons sont prélevés dans un contenant de plastique ou de verre exempt de contaminants et un volume de 200 ml d'échantillon liquide ou 100 g d'échantillon solide est requis pour réaliser l'analyse.

Les échantillons sont conservés selon les modalités suivantes :

Nature de l'échantillon	Conditions de conservation	Délai de conservation
Eaux	<ul style="list-style-type: none">Aucun agent1 °C à 6 °C	7 jours
Solides et boues	<ul style="list-style-type: none">Aucun agent1 °C à 6 °C	28 jours

Note : 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 des résultats sur base sèche.

5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre informatif. Un modèle équivalent d'un autre fabricant peut également être utilisé.

- 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 ± 1 °C.
- 5.3. Fournaise à moufle à une température de 150 ± 5 °C, 375 ± 50 °C ou 550 ± 50 °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 (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 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.

7.2 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 une heure.
- Laisser refroidir dans un dessiccateur (un minimum de 4 heures).

7.3 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 2 portions de 10 ml d'eau et transférer dans la capsule.
- Pour les boues, peser la quantité d'échantillon 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 (minimum de 4 heures). Peser la capsule. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum passé 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 pendant un minimum de 2 heures la capsule (ayant servi à la détermination des solides totaux) dans le four à moufle à 550 °C.
- Laisser refroidir la capsule au dessiccateur (minimum 4 heures). Peser la capsule. Si le temps de calcination (2 heures) et le temps minimum passé 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).

7.4 Humidité, matières volatiles à 550 °C, matières organiques 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 (minimum de 4 heures) et peser. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum passé 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 pendant un minimum de 2 heures la capsule (ayant servi à la détermination de l'humidité) dans le four à moufle à 550 °C. Laisser refroidir la capsule au dessiccateur (minimum 4 heures). Peser la capsule. Si le temps de calcination (2 heures) et le temps minimum passé 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).

7.5 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 (minimum de 4 heures) et peser.
- Calciner l'échantillon à 375 °C pendant un minimum de 16 heures. Laisser refroidir la capsule au dessiccateur (minimum 4 heures) et peser la capsule. Si le temps de calcination (16 heures) et le temps minimum passé 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).

8. Calcul et expression des résultats

Les résultats sont exprimés d'après l'une des équations suivantes :

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 :

où

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

- 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 :

où

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

- 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 :

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

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 siccité

Les résultats sont exprimés en pourcentage d'après les équations suivantes :

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

$$P_s = 100 - P_H$$

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, matières organiques à 550 °C ou pourcentage de cendres

Les résultats sont exprimés en pourcentage base sèche d'après les équations suivantes :

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

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

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)

où

Les résultats sont exprimés en pourcentage base sèche d'après l'équation suivante : $P_{MO} = \frac{(A - B)}{(A - C)} \times 100$

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

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité								
Matériaux de référence	Définis par le responsable désigné.								
Duplicatas et réplicats	Liquides : ≤ 10 % lorsque les résultats sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification. Boues : ≤ 20 % lorsque les résultats sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification. Humidité, matière organique à 375 °C et matières volatiles à 550 °C : ≤ 2 % en valeur absolue.								
Blanc	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 : <table border="1"><thead><tr><th>Sensibilité de la balance (mg)</th><th>Différence de poids du blanc de méthode (g)</th></tr></thead><tbody><tr><td>0,1</td><td>0,0015</td></tr><tr><td>1</td><td>0,015</td></tr><tr><td>10</td><td>0,15</td></tr></tbody></table>	Sensibilité de la balance (mg)	Différence de poids du blanc de méthode (g)	0,1	0,0015	1	0,015	10	0,15
Sensibilité de la balance (mg)	Différence de poids du blanc de méthode (g)								
0,1	0,0015								
1	0,015								
10	0,15								
Ajouts dosés	Liquides : Recouvrement entre 70 % et 130 %. Solides : Recouvrement entre 50 % et 150 %								

Les chimistes peuvent valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

10. Bibliographie

NOTE : Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.

AMERICAN PUBLIC HEALT ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

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

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, *Total, Fixed and volatile solids in water, solids and biosolids*, méthode 1684.



**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 