

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,
DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,
DE LA FAUNE ET DES PARCS

Méthode d'analyse

MA. 115 – S.D. 1.0

2023-02-09 (révision 6)

Détermination des solides dissous totaux et volatils : méthode gravimétrique

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par la Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (DGCSCAEQ) 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/reenseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document :

Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du 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 – 2023

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN 978-2-550-93915-3 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec – 2023

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	2
4. Prélèvement et conservation	2
5. Matériel et appareillage	2
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	3
7.1 Conditionnement des capsules	3
7.2 Dosage	3
7.3 Préparation spéciale de la verrerie	4
8. Calcul et expression des résultats	4
9. Critères d'acceptabilité	5
10. Bibliographie	5

Introduction

Les solides dissous sont principalement constitués 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

La méthode d'analyse MA. 115 – S.D. 1.0 sert 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. La capsule est ensuite séchée à 104 °C et pesée de nouveau. Le poids des solides dissous est obtenu par la 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.

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 1 °C et 6 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 7 jours.

5. Matériel et 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.

6.1 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

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

7.2 Dosage

NOTE – Une capsule vide suit le même cheminement que l'échantillon et est utilisée comme témoin.

- 7.2.1. Peser la capsule conditionnée à l'aide d'une balance analytique.
- 7.2.2. Prendre un filtre conditionné Whatman 934 AH ou l'équivalent.
- 7.2.3. Homogénéiser l'échantillon.
- 7.2.4. 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.
- 7.2.5. Laver le filtre avec 3 portions successives de 10 ml d'eau et conserver les eaux de rinçage.
- 7.2.6. 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.
- 7.2.7. Transférer la capsule à l'étuve, à 104 °C, pendant une nuit.
- 7.2.8. Laisser refroidir au dessiccateur pendant un minimum de 4 heures. Peser la capsule. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimal au dessiccateur (4 heures) ne sont pas respectés, peser la capsule jusqu'à l'obtention d'un poids constant, c'est-à-dire que la différence entre 2 pesées successives doit être inférieure à 1 mg, en répétant le cycle (séchage-refroidissement-pesage).
- 7.2.9. 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.

7.2.10. Laisser refroidir la capsule au dessiccateur pendant au moins 4 heures. Peser la capsule. Si le temps de calcination (2 heures) et le temps minimal au dessiccateur (4 heures) ne sont pas respectés, peser la capsule jusqu'à l'obtention d'un poids constant, c'est-à-dire que la différence entre 2 pesées successives doit être 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 *réplicats* 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 de 70 % à 130 %.

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.

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)]



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

Québec 