

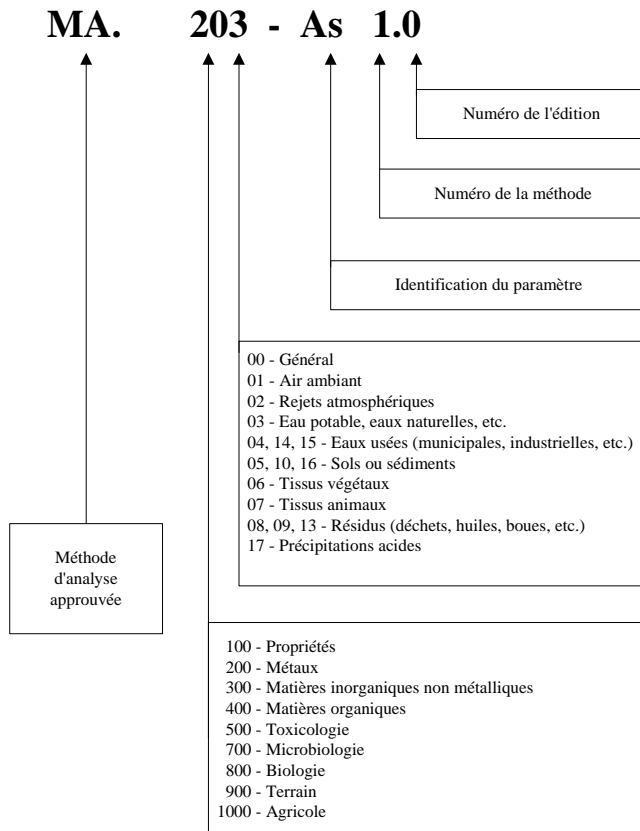
Méthode d'analyse



MA. 303 – Alc 1.0

Détermination de l'alcalinité totale par titrage à l'acide nitrique dans l'eau : méthode par titrateur automatique

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination de l'alcalinité totale par titrage à l'acide nitrique dans l'eau : méthode par titrateur automatique, MA. 303 – Alc 1.0, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2011, 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@mddep.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2011

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. INTERFÉRENCE	5
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1. Préparation du matériel	7
7.2. Procédure d'analyse générale	7
7.2.1. Détermination de la normalité de l'acide nitrique 0,01 N (<i>cf.</i> 6.4)	7
7.2.2. Détermination du volume du vase du titramètre	8
7.2.3. Dosage de l'alcalinité	8
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	8
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	9
10. BIBLIOGRAPHIE	9

INTRODUCTION

L'alcalinité de l'eau se définit comme sa capacité à neutraliser un acide. L'alcalinité de l'eau naturelle est principalement associée aux carbonates, aux bicarbonates et aux hydroxydes. Les borates, les silicates, les phosphates et certaines formes de matière organique contribuent légèrement à son alcalinité.

Dans les eaux des rivières du Québec, l'alcalinité totale varie généralement de 5,8 à 76,0 mg/l de CaCO₃.

Cette méthode permet de mesurer l'alcalinité d'un échantillon à l'aide d'un titrateur automatique.

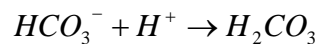
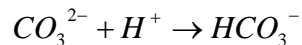
1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination de l'alcalinité dans l'eau potable, les eaux souterraines et les eaux de surface.

La configuration de l'appareil permet le titrage d'échantillons jusqu'à une valeur d'alcalinité d'environ 370 mg/l CaCO₃. La plage de titrage peut être étendue en effectuant les dilutions appropriées. La limite inférieure est de 0,2 mg/l CaCO₃.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

L'alcalinité d'un échantillon est déterminée par un titrage avec une solution d'acide nitrique.



Au fur et à mesure du titrage, le pH diminue légèrement. Lorsque l'échantillon contient des carbonates, un premier point d'équivalence peut être observé aux environs de pH 8,3. Ce point correspond à la transformation des ions carbonates et bicarbonates. Cependant, l'alcalinité est mesurée au deuxième point d'équivalence, soit celui correspondant à la transformation du bicarbonate en acide carbonique. Ce point d'équivalence se trouve aux environs de pH 4,3.

3. INTERFÉRENCE

Il n'y a pas d'interférence connue pour l'alcalinité. Cependant, la présence de savon, de matières huileuses, de matières en suspension ou d'un précipité peuvent diminuer la réponse de l'électrode.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever 250 ml d'un échantillon homogène dans une bouteille de plastique ou de verre. Conserver les échantillons à environ 4 °C. Aucun agent de conservation n'est requis.

Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 14 jours.

5. APPAREILLAGE

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

- 5.1. Titrateur de marque Mettler Toledo, modèle DL-70ES
- 5.2. Échantillonneur de marque Mettler Toledo, modèle Quanto
- 5.3. Électrode de marque Mettler Toledo, modèle DG111-SC
- 5.4. Sonde pour la compensation de la température de marque Mettler Toledo, modèle DT 120
- 5.5. Tube de verre

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Lorsque l'utilisation de réactifs commerciaux de qualité particulière est nécessaire, une mention à cet effet est ajoutée après le nom du produit.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des étalons est de l'eau déminéralisée.

- 6.1. Acide nitrique, HNO₃ (CAS n° 7697-37-2)
- 6.2. Tris(hydroxyméthyl)aminométhane (THAM), C₄H₁₁NO₃ (CAS n° 77-86-1)
- 6.3. Carbonate de sodium, Na₂CO₃ (CAS n° 497-19-8)
- 6.4. Solution de titrage d'acide nitrique 0,01 N

Dans une fiole volumétrique de 2 l, diluer 1,28 ml de HNO₃ (cf. 6.1) dans environ 1 600 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve à la température ambiante jusqu'à épuisement.

- 6.5. Solution de THAM 0,0075 N

Dans une fiole volumétrique, dissoudre 0,9085 g de THAM (cf. 6.2) dans environ 800 ml d'eau. Compléter à 1 l avec de l'eau. Cette solution est utilisée pour déterminer le titre exact de la solution titrante de HNO₃ 0,01 N (cf. 6.4).

Cette solution se conserve à la température ambiante pendant six mois.

6.6. Solution d'ajout d'alcalinité de 1 000 mg/l CaCO₃

Sécher environ 2 g de Na₂CO₃ (cf. 6.3) à 105 °C pendant une nuit. Laisser refroidir au dessiccateur. Peser 1,059 g de Na₂CO₃ et le dissoudre dans environ 800 ml d'eau. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve à la température ambiante pendant un an.

6.7. Solution commerciale d'électrolyte de chlorure de potassium (KCl) 3 M saturée en chlorure d'argent (AgCl)

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. PRÉPARATION DU MATÉRIEL

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse.

7.2. PROCÉDURE D'ANALYSE GÉNÉRALE

Avant d'effectuer le titrage pour l'alcalinité, il faut s'assurer de connaître la normalité exacte du titrant. La normalité exacte doit être calculée chaque fois que la solution titrante est refaite. Le calcul est effectué par le logiciel en se basant sur l'équation ci-dessous.

7.2.1. Détermination de la normalité de l'acide nitrique 0,01 N (cf. 6.4)

- Titrer à trois reprises exactement 40 ml de la solution de THAM 0,0075 N (cf. 6.5) avec la solution titrante de HNO₃ (cf. 6.4).
- La normalité est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$N_{HNO_3} = \frac{U \times N_{THAM}}{VEQ}$$

où

- N_{HNO₃} : normalité du HNO₃ (cf. 6.4);
- U : volume de THAM 0,0075 (cf. 6.5) utilisé, ici 40 ml;
- N_{THAM} : normalité du THAM 0,0075 (cf. 6.5) calculé en éq/l;
- VEQ : volume de solution titrante au point d'équivalence (ml).

- Utiliser la moyenne des trois reprises comme résultat de normalité.

7.2.2. Détermination du volume du vase du titramètre

- Avant de commencer l'analyse, s'assurer de connaître le volume exact d'échantillon qui sera titré. Cette détermination doit être faite seulement lorsqu'une opération affectant le vase d'analyse est faite, par exemple son démontage pour le nettoyer. Pour calculer le volume transféré dans le vase d'analyse, effectuer une séquence d'analyse de trois échantillons en utilisant comme échantillon le THAM 0,0075 N (cf. 6.5). Le calcul est effectué par le logiciel en se basant sur l'équation suivante :

$$U = \frac{VEQ \times t}{N_{THAM}}$$

où

U : volume d'échantillon titré (ml);
 VEQ : volume de solution titrante au point d'équivalence (ml);
 t : titre de la solution titrante [HNO₃ (cf. 6.4)];
 N_{THAM} : normalité du THAM 0,0075 (cf. 6.5) calculé en éq/l.

- Utiliser la moyenne des trois reprises comme résultat.

7.2.3. Dosage de l'alcalinité

- Utiliser la méthode nécessaire à l'analyse des paramètres demandés pour l'échantillon.
- S'assurer que la normalité de la solution titrante d'alcalinité (cf. 6.4) a été calculée.
- Remplir les tubes d'analyse avec un aliquote représentatif de l'échantillon.
- L'ajout de la solution titrante (cf. 6.4) à l'échantillon se fait de façon automatique selon les paramètres décrits dans la méthode utilisée par l'appareil.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats d'alcalinité sont calculés par le logiciel. Le cas échéant, multiplier par le facteur de dilution. L'équation utilisée est la suivante :

$$R = \frac{VEQ \times t \times C}{U}$$

où

R : alcalinité en mg/l CaCO₃;
 VEQ : volume de titrant en ml [HNO₃ (cf. 6.4)];
 t : normalité réelle du titrant (éq/l) [HNO₃ (cf. 6.4)];
 C : 50045 (constante de transformation en mg/l CaCO₃);
 U : volume d'échantillon titré (ml).

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Détermination de la normalité des titrants	Les résultats des trois réplicats ne doivent pas différer de plus de 5 % et la valeur de la normalité obtenue ne doit pas être au-delà de 5 % de la valeur attendue.
Volume d'échantillon transféré dans le vase d'analyse	Les résultats des trois réplicats ne doivent pas différer de plus de 5 %.
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts types.
Duplicata et réplicats	Les valeurs obtenues ne doivent pas différer de plus de 10 % de la valeur moyenne de la concentration analysée.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas être supérieure à 3,0 mg/l en alcalinité.
Ajouts dosés	Le pourcentage de récupération pour l'alcalinité doit être entre 80 % et 120 %.

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

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 2320 Alkalinity, 2320 B. Titration method, 21st Edition, 2005.

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