

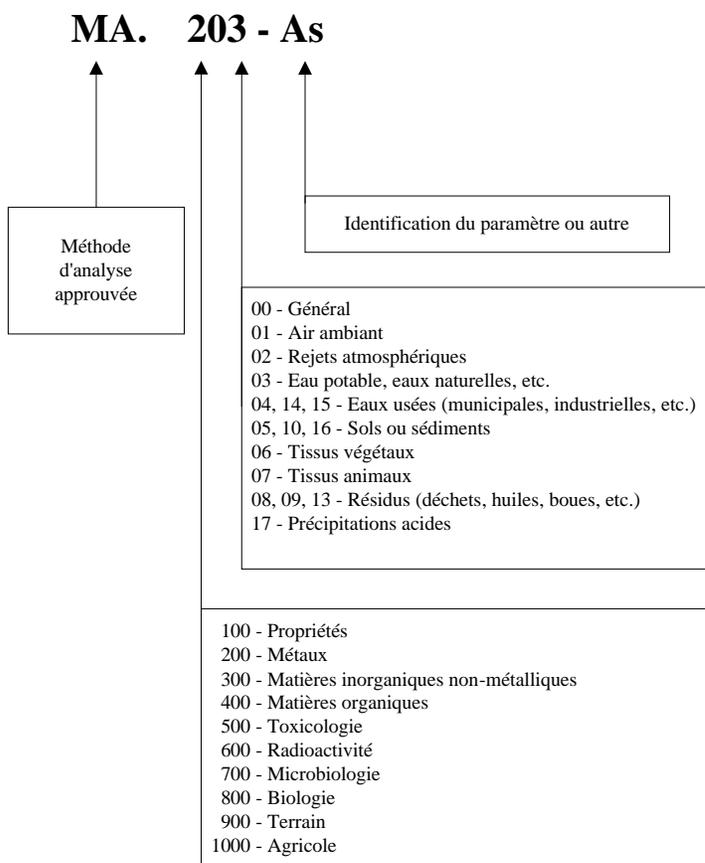
Méthode d'analyse



MA. 303 – SiO₂ 1.0

Détermination de la silice réactive dans l'eau :
méthode par spectrophotométrie UV-visible

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 silice réactive dans l'eau : méthode par spectrophotométrie UV-visible, MA. 303 – SiO₂ 1.0, rév. 1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, 2016, 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, 2016

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. INTERFÉRENCE	7
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	7
5. APPAREILLAGE	7
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	8
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	9
7.1. Préparation du matériel	9
7.2. Préparation des échantillons	9
7.3. Dosage	9
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	10
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	10
10. BIBLIOGRAPHIE	11

INTRODUCTION

Sur terre, le silicium est le deuxième élément en abondance après l'oxygène. Il se présente principalement sous forme d'oxydes dans les minéraux. Les silicates sont faiblement solubles dans l'eau et proviennent de la dégradation des minéraux silicatés. Dans l'eau, on les trouve sous forme colloïdale ou soluble, et leur concentration varie normalement entre 5 et 25 mg/l. Dans les eaux salées, le silicium est essentiel à la croissance des diatomées et du plancton, à la base de la chaîne alimentaire.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer la concentration de la silice réactive dans les eaux naturelles et dans l'eau potable.

La plage d'étalonnage se situe entre 0 et 20 mg/l. Le domaine d'application peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Il existe plusieurs méthodes de dosage de la silice dans l'eau, dont l'absorption atomique, la méthode colorimétrique et la spectrométrie de masse au plasma. La méthode colorimétrique permet de doser la silice réactive, soit uniquement la portion de silice qui réagit avec le molybdate, dans les eaux naturelles et dans l'eau potable.

La couleur jaune développée grâce aux ajouts d'acide et de molybdate a une stabilité limitée dans le temps, mais cette méthode permet d'analyser les eaux sans dilution grâce à son domaine d'application, et cela rapidement.

3. INTERFÉRENCE

Des interférences peuvent provenir de la verrerie, de l'eau utilisée, des tannins, de quantités importantes de fer, de la couleur, de la turbidité, des sulfites et des phosphates. L'utilisation d'acide oxalique permet d'éliminer les interférences causées par les phosphates et de diminuer celles causées par les tannins.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

5. APPAREILLAGE

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

- 5.1. Cellule de verre optique avec un parcours optique de 5 cm
- 5.2. Spectrophotomètre UV-visible de marque Thermo-Spectronic, modèle Genesys 10 UV
- 5.3. Fiole jaugée de 1 l en **plastique**
- 5.4. Fioles jaugées de 100 ml en **plastique**
- 5.5. Cylindre gradué de 100 ml en plastique
- 5.6. Pipettes graduées en plastique
- 5.7. Contenants de plastique

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 solutions étalons est de l'eau déminéralisée ultrapure filtrée sur un filtre 0,2 µm.

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl concentré (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2. Molybdate d'ammonium, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ (CAS n° 12054-85-2)
- 6.3. Acide oxalique, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (CAS n° 6153-56-6)
- 6.4. Métasilicate de sodium nonahydraté, $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (6834-92-0)
- 6.5. Solution d'acide chlorhydrique 50 %

Dans une fiole jaugée en **plastique** de 100 ml contenant environ 25 ml d'eau ultrapure, verser délicatement 50 ml d'acide chlorhydrique concentré (**attention à la réaction exothermique**) (cf. 6.1). Laisser refroidir et compléter au trait de jauge.

- 6.6. Solution de molybdate d'ammonium

Dans une fiole jaugée en **plastique** de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau ultrapure, dissoudre 10 g de molybdate d'ammonium (cf. 6.2). Compléter au trait de jauge.

- 6.7. Solution d'acide oxalique

Dans une fiole jaugée en **plastique** de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau ultrapure, dissoudre 7,5 g d'acide oxalique (cf. 6.3). Compléter au trait de jauge.

- 6.8. Solution étalon mère de silicate à 1000 mg/l

Dans une fiole jaugée de 1 l en **plastique** contenant environ 500 ml d'eau ultrapure, dissoudre 4,73 g de métasilicate de sodium nonahydraté (cf. 6.4) et compléter au trait de jauge. Cette solution peut être conservée dans une bouteille de plastique.

6.9. Solutions étalons de travail de silicate de 1,0, 2,0, 5,0, 10, 15 et 20 mg/l

Dans une série de fioles jaugées en **plastique** de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau, introduire à l'aide de pipettes 0,1, 0,2, 0,5, 1,0, 1,5 et 2,0 ml de la solution étalon mère de silicate de 1000 mg/l (cf. 6.8) et compléter au trait de jauge avec de l'eau ultrapure.

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. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Aucune préparation n'est nécessaire.

7.3. DOSAGE

- Mettre le spectrophotomètre sous tension et laisser stabiliser pendant un minimum de 10 minutes.
- Établir le dosage en mode absorbance avec la fonction « Changer mode ».
- Fixer la longueur d'onde à 410 nm avec la fonction « Fixer nm ».
- Courbe d'étalonnage
 - Établir le zéro absorbance avec un aliquote d'eau **ultrapure** en utilisant la fonction « Mesurer blanc ».
 - Verser 50 ml d'étalon dans un contenant de plastique et ajouter 1,0 ml d'acide chlorhydrique 50 % (cf. 6.5) et 2,0 ml de la solution de molybdate d'ammonium (cf. 6.6). Agiter pour bien mélanger.
 - Laisser reposer de 5 à 10 minutes.
 - Ajouter 2,0 ml de la solution d'acide oxalique (cf. 6.7) et agiter.

- Mesurer l'absorbance entre 2 et 15 minutes après l'addition de l'acide oxalique, car le complexe molybdo-silicate n'est pas stable dans le temps.
 - Mesurer l'absorbance de chacun des étalons de la courbe d'étalonnage. Noter l'absorbance sur la feuille de travail Excel.
- Échantillons
- verser 50 ml d'échantillon dans un contenant de plastique et ajouter 1,0 ml d'acide chlorhydrique 50 % (cf. 6.5) et 2,0 ml de la solution de molybdate d'ammonium (cf. 6.6). Agiter pour bien mélanger.
 - Laisser reposer de 5 à 10 minutes.
 - Ajouter 2,0 ml de la solution d'acide oxalique (cf. 6.7) et agiter.
 - Mesurer l'absorbance entre 2 et 15 minutes après l'addition de l'acide oxalique, car le complexe molybdo-silicate n'est pas stable dans le temps. Noter l'absorbance sur la feuille de travail Excel.

NOTE – Bien rincer la cellule entre chaque dosage avec de l'eau ultrapure suivi de l'échantillon suivant.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration d'un échantillon est obtenue par une régression linéaire des concentrations par rapport à l'absorbance des étalons. La courbe d'étalonnage et le calcul des concentrations, exprimés en mg/l SiO₂, sont établis à l'aide du logiciel Excel.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
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 réplikat	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplikat) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 10 %.
Ajouts dosés	Le pourcentage de récupération doit être entre 80 % et 120 %.
Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur 0,995.

Le chimiste peut 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, la dernière édition du document de référence s'applique.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 4500-SiO₂ C. Molybdosilicate Method, rev. 2011.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01. [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. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]

ù