

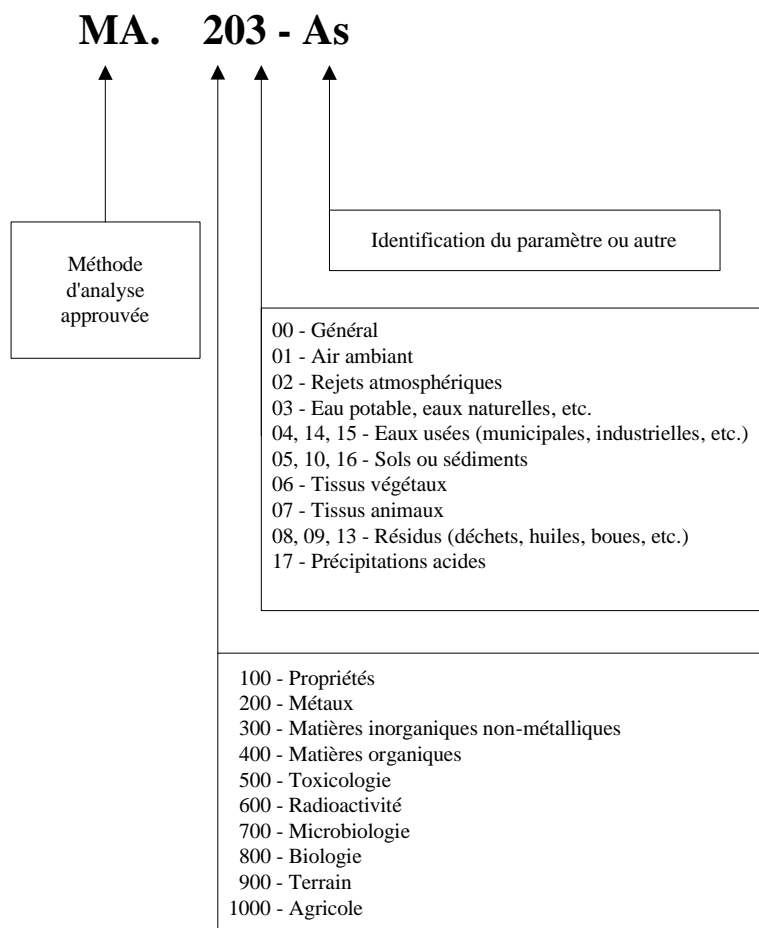
Méthode d'analyse



MA. 315 – Hydrazine 1.0

Détermination de l'hydrazine : méthode colorimétrique

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 l'hydrazine : méthode colorimétrique, MA. 315 – Hydrazine 1.0, Rév. 2, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 2014, 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@mddelcc.gouv.qc.ca

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	5
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1. Préparation de l'échantillon	7
7.2. Dosage	7
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	8
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	8
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	8
10. BIBLIOGRAPHIE	9

INTRODUCTION

L'hydrazine (N_2H_4) est utilisée par l'industrie comme antioxydant et inhibiteur de corrosion dans l'eau des chaudières et des circuits de chauffage. C'est un produit soluble dans l'eau qui est utilisé largement parce que ses sous-produits sont généralement l'azote gazeux et l'eau. L'hydrazine pure est hautement toxique et dangereusement instable. Cependant, on la trouve habituellement en solution aqueuse.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer l'hydrazine dans les échantillons aqueux.

La limite de détection rapportée est de 0,005 mg/l et le domaine d'application se situe entre 0,005 mg/l et 0,200 mg/l d'hydrazine. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en diluant l'échantillon.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

La détermination de l'hydrazine s'effectue à l'aide d'un dosage colorimétrique.

L'hydrazine forme un complexe avec le p-diméthylamino-benzaldéhyde jaune en milieu acide dont l'absorbance à 458 nm est proportionnelle à la concentration de l'hydrazine présente dans l'échantillon.

3. INTERFÉRENCE

Les oxydants absorbés par l'échantillon (exemple : chlore ou brome) peuvent oxyder l'hydrazine. Également, les échantillons possédant une coloration absorbante à 458 nm peuvent interférer. Finalement, certaines amines, telles que l'aniline, peuvent interférer.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre **exempt de contaminants**.

Ajouter une solution d'acide chlorhydrique 6 N jusqu'à un pH inférieur à 2. Conserver **l'échantillon en le réfrigérant entre 0 °C et 6 °C**. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 14 jours.

5. APPAREILLAGE

5.1. Spectrophotomètre visible avec cellule de 50 mm

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS. 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 se conserver indéfiniment à la température ambiante. Cependant, elles doivent être refaites s'il y a un changement de couleur à la solution ou s'il y a formation d'un précipité.

6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)

6.2. p-diméthylamino-benzaldéhyde, $(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CHO}$, (CAS n° 100-10-07)

6.3. Sulfate d'hydrazine, $\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$, (CAS n° 10034-93-2)

6.4. Méthanol, CH_3OH (CAS n° 67-56-1)

6.5. Solution de p-diméthylamino-benzaldéhyde

Peser exactement environ 4,0 g de p-diméthylamino-benzaldéhyde (cf. 6.2) et diluer dans une solution contenant 200 ml de méthanol (cf. 6.4) et 20 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1).

Cette solution se conserve trois mois à température ambiante.

6.6. Solution mère d'hydrazine de 1000 mg/l

Dissoudre 0,410 g de sulfate d'hydrazine dans environ 80 ml d'eau et ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1). Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an à environ 4 °C.

6.7. Solution intermédiaire d'hydrazine de 100 mg/l

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution étalon d'hydrazine de 1000 mg/l. Ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve un mois à environ 4 °C.

6.8. Solution intermédiaire d'hydrazine de 1 mg/l

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1 ml de la solution étalon d'hydrazine de 100 mg/l (cf. 6.7). Ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve un mois à environ 4 °C.

6.9. Solutions étalons d'hydrazine de 0, 0,005, 0,010, 0,025, 0,050, 0,100 et 0,200 mg/l

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes 0, 0,5, 1,0, 2,5, 5,0, 10,0 et 20,0 ml de la solution intermédiaire d'hydrazine de 1 mg/l (cf. 6.8). Ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions se conservent un mois à environ 4 °C.

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 DE L'ÉCHANTILLON

Les solutions étalons et les échantillons sont traités de la même façon.

- Homogénéiser l'échantillon.
- Prélever à l'aide d'une pipette 10 ml d'échantillon et l'introduire dans un tube.
- Ajouter 2 ml de la solution de p-diméthylamino-benzaldéhyde et bien mélanger.
- Attendre un minimum de 10 minutes mais pas plus de 100 min pour le dosage.

Note – Un témoin d'échantillon est fait de la même façon à l'exception que 2 ml d'eau sont ajoutés au lieu de la solution de p-diméthylamino-benzaldéhyde.

7.2. DOSAGE

L'étalonnage de l'instrument est fait **chaque journée d'utilisation**.

- Ajuster la longueur d'onde du spectrophotomètre à 458 nm.
- **Essuyer l'extérieur de la cellule avant de faire les lectures.**
- **Insérer la cellule dans le spectrophotomètre. Ajuster l'absorbance à 0 avec le blanc.**
- **Mesurer l'absorbance des étalons en insérant la même cellule dans le spectrophotomètre trois fois et en mesurant l'absorbance. Faire la moyenne des trois lectures.**
- **Pour chacun des échantillons, mesurer l'absorbance du témoin de l'échantillon et de l'échantillon en insérant la même cellule dans le spectrophotomètre trois fois et en mesurant l'absorbance. Conserver l'absorbance minimale.**

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 de l'hydrazine.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

La courbe d'étalonnage (courbe linéaire) est tracée à partir des mesures d'absorbance et de la concentration des solutions étalons.

La concentration de l'hydrazine exprimée en mg/l N₂H₄ est calculée par le titrateur et apparaît sur l'imprimante pour chaque bécher identifié dans la séquence de l'échantillonneur.

où
$$C = (A_e - A_t) \times F$$

C : concentration d'hydrazine (mg/l N₂H₄);

A_e : concentration d'hydrazine dans l'échantillon (mg/l N₂H₄);

A_t : concentration d'hydrazine dans le témoin de l'échantillon (mg/l N₂H₄);

F : facteur de dilution, si nécessaire.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont définis dans le document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

- La courbe d'étalonnage est considérée comme acceptable si le facteur de corrélation est supérieur à 0,995.
- Le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à 0,005 mg/l.
- 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 répliqués ne doivent pas différer de plus de 10 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.

10. BIBLIOGRAPHIE

ASTM INTERNATIONAL. *Method D-1385-07*, 2007.

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