

## **D-II-2V1 - CARACTÉRISATION DES DECHETS – ESSAIS DE COMPORTEMENT A LA LIXIVIATION – ESSAI DE CAPACITÉ DE NEUTRALISATION ACIDE ET BASIQUE**

### **1. Objet**

La présente méthode permet de déterminer la capacité de neutralisation acide et/ou basique d'un matériau.

### **2. Domaine d'application**

La présente procédure permet de déterminer la capacité de neutralisation acide et/ou basique. Cette propriété est exprimée en mol/kg et permet d'évaluer le pH final des déchets mélangés ainsi que les conséquences des influences extérieures (carbonatation, oxydation) sur le pH de tout type de déchet destiné à la mise en CET.

### **3. Interférence**

Néant

### **4. Principe**

Différentes prises d'essai sont préparées selon un rapport liquide/solide défini, avec des lixiviants contenant des quantités prédéfinies d'acide ou de base, afin d'obtenir des valeurs de pH stationnaires au terme de la période d'extraction. Chaque lixiviant est ajouté en trois étapes, au début de l'essai. Au moins 8 valeurs de pH finales sont requises, couvrant au minimum la plage de pH de 4 à 12. A partir des quantités d'acides ou de base requises pour couvrir la plage de pH, on détermine la capacité de neutralisation acide ou basique (CNA, CNB) du matériau d'essai.

### **5. Conditionnement et conservation de l'échantillon**

L'échantillon prélevé sur site sera conservé dans un récipient en verre ou en polyéthylène à 4°C et dans l'obscurité.

### **6. Appareillages et matériels utilisés**

- 6.1. Dispositif d'agitation : agitateur à retournements (5tr/min à 10 tr/min) ou table à rouleaux ayant une vitesse de rotation d'environ 10 tr/min
- 6.2. Balance analytique d'une précision de 0.1g
- 6.3. Flacons ou récipients de capacité 250 ml en matériau inerte, tel que verre, polyéthylène haute densité ou polypropylène, munis d'un couvercle en matériau inerte.
- 6.4. Barreau magnétique
- 6.5. pH-mètre ayant une précision de mesure d'au moins  $\pm 0,05$  unité de pH.

N.B. : Avant toute manipulation, il est obligatoire de vérifier le bon état de l'appareillage utilisé.

## 7. Réactifs utilisés

- 7.1. Eau déminéralisée.
- 7.2. Acide nitrique 0.1 mol/l à 5 mol/l
- 7.3. Acide nitrique 1 mol/l
- 7.4. Hydroxyde de sodium 0,1 mol/l à 5 mol/l.

## 8. Préparation de l'échantillon

Afin d'obtenir 50g d'une granulométrie inférieure à 1 mm, on se référera à la méthode S-I-1 relative au prétraitement des échantillons pour analyse physico-chimiques.

On se référera également à la méthode S-I-3 relative à la détermination de la teneur en matière pondérale en matière sèche et en eau.

## 9. Mode opératoire

### 9.1. Temps de contact

Le mode opératoire de lixiviation comprend trois étapes définies :

- Période A (ajout d'acide ou de base) de  $t_0$  à  $t_0 + 4h$  pour l'ajout d'acide et de base en trois étapes
- Période B (période d'équilibrage) de  $t_0 + 4h$  à  $t_0 + 44h$  pour l'équilibrage
- Période C (période de vérification) de  $t_0 + 44h$  à  $t_0 + 48h$

### 9.2. Plage de pH

L'essai doit couvrir la plage de pH de 4 à 12 avec au moins 8 valeurs de pH mesurées, dont le pH naturel. La différence maximale entre deux valeurs de pH consécutives ne doit pas dépasser 1.5 unités de pH.

### 9.3. Symboles et abréviations :

Les symboles et abréviations mentionnées dans le texte et les formules de calcul sont reprises et définies ci-dessous :

V est le volume total de liquide utilisé durant l'essai (ml)

$m_h$  est la masse non séchée de la prise d'essai (g)

$m_s$  est la masse séchée de la prise d'essai (g)

$M_s$  est la matière sèche du déchet, exprimé (%)

$V_1$  est le volume de lixiviant à ajouter, (ml)

$V_{demi}$  est le volume d'eau déminéralisée utilisé (ml)

A est la consommation d'acide pour le pH (mol H+/kg de MS)

$V_A$  est le volume d'acide nécessaire (ml)

$C_A$  est la concentration de l'acide (mol/l)

B est la consommation de base pour le pH (mol H+/kg de MS)

$V_B$  est le volume de base nécessaire (ml)

$C_B$  est la concentration de base (mol/l)



## 9.4. Essai de détermination de la capacité de neutralisation acide ou basique

### 9.4.1. Détermination préliminaire de la consommation d'acide/base

Estimer par A (mol H<sup>+</sup>/kg MS) ou B (-mol H<sup>+</sup>/kg MS), la consommation d'acide ou de base nécessaire pour atteindre les valeurs de pH appropriées.

Placer les prises d'essai dans des bouteilles rincées, l'une pour le titrage acide, l'autre pour le titrage alcalin. L'essai vise un rapport L/S final de 10 après ajout d'acide ou de base. En cas de rapport L/S supérieur à 11 en raison de la consommation trop élevée d'acide ou de base du matériau à un pH spécifique, il convient d'utiliser un acide ou une base plus fort pour ajuster le pH.

Ajouter un volume V d'eau déminéralisée dans les bouteilles, en établissant un rapport liquide/solide d'environ 9. Calculer le volume V d'après l'équation suivante, la masse volumique de l'eau étant égale à 1 g/ml :

$$V = 9 \times m_s - (m_h - m_s)$$

Agiter le contenu des deux récipients pendant 1 h et mesurer le pH de l'éluat après un repos de 10 min afin de déterminer le pH naturel.

Pour le titrage acide, ajouter une portion d'acide dans une des deux bouteilles et laisser agiter 30 min, enregistrer la quantité et la concentration d'acide ajouté ainsi que le pH obtenu. Continuer d'ajouter des portions d'acide et mesurer le pH après avoir agité 30 min après chaque portion ajoutée. Répéter cette opération jusqu'à ce que l'intervalle entre le pH naturel et le pH 4 soit obtenu et que l'écart entre les valeurs de pH obtenues soit inférieur à 1.5 unit de pH. Enregistrer les quantités et concentrations d'acides ajoutées ainsi que les valeurs de pH obtenues.

Pour le titrage basique, faire de même afin d'obtenir un intervalle entre le pH naturel et le pH 12.

Tracer une courbe du pH en fonction des quantités d'acide et de base exprimées en mol H<sup>+</sup>/kg et en mol OH<sup>-</sup>/kg et estimer ainsi A (mol H<sup>+</sup>/kg MS) ou B (-mol H<sup>+</sup>/kg MS), la consommation d'acide ou de base nécessaire pour atteindre les valeurs de pH appropriées.

### 9.4.2. Préparation du lixiviant

Calculer le volume V de liquide nécessaire pour établir un rapport L/S = 10l/kg +/- 0.2 l/kg pour la taille réelle de la prise d'essai m<sub>h</sub> (m<sub>s</sub>/M<sub>s</sub> x 100) y compris le volume d'acide ou de base.

$$V = 10 \times m_s$$

Calculer le volume de lixiviant à ajouter à la taille réelle de la prise d'essai et compenser la teneur en humidité de la prise d'essai comme suit :

$$V_L = V - (100/M_s - 1) \times m_s$$

Préparer le lixiviant à partir d'eau déminéralisée et d'acide ou de base suivant la consommation nécessaire pour obtenir le pH approprié.



Préparer le lixiviant à acidité ajustée comme suit :

$$V_L = V_{\text{demi}} + V_A$$
$$V_A = A \times m_s / C_A$$

Préparer le lixiviant à basicité ajustée comme suit :

$$V_L = V_{\text{demi}} + V_B$$
$$V_B = B \times m_s / C_B$$

**Diviser le  $V_L$  en 3 fractions égales**

#### 9.4.3. Mode opératoire

Effectuer l'essai à une température de 20°C +/- 5°C.

Pour une prise d'essai de 15 g utiliser une bouteille de 250 ml.

Avant usage, nettoyer la bouteille en la remplissant d'acide nitrique à 1mol/l en la laissant reposer au moins 24 h puis en la rinçant avec de l'eau déminéralisée.

Ajouter le volume de lixiviant en trois étapes distinctes :

- En t0
- En t0+30min
- En t0+2h

Refermer la bouteille et agiter la suspension entre chaque ajout de lixiviant. Mesurer et enregistrer le pH avant d'ajouter les fractions 2 et 3 et, si un écart de pH est alors constaté par rapport au pH prévu, préparer des bouteilles supplémentaires avec ajout d'acide/base modifiés. Maintenir l'agitation après le dernier ajout de lixiviant jusqu'à t = t + 48h.

Mesurer et enregistrer le pH à t0+4h, à t0+44h, à t0+48h. Noter l'écart de pH entre t0+4h et t0+44h. L'écart ne doit pas dépasser 0.3 unité de pH (limite d'obtention de l'état d'équilibre). Lorsque cette condition n'est pas remplie, le rapport d'essai doit comporter la mention spéciale correspondante. Si un trop grand nombre de points expérimentaux présentent une divergence, le temps d'équilibrage est insuffisant et un temps de contact plus long est requis. Le temps de contact est prolongé de 24h et l'écart de pH entre t0+48h et t0+72h est vérifié.

#### 9.4.4. pH naturel

Répéter le mode opératoire sans ajouter d'acide ni de base et mesurer le pH après 4h, 44h et 48h.

## 10. Sécurité

- Port obligatoire de gants, lunettes de sécurité et tablier de laboratoire lors de la manipulation d'acides et ce sous hotte.
- Chaque composé chimique utilisé doit être traité comme présentant un danger potentiel pour la santé, il est donc recommandé de réduire au minimum les temps d'exposition à ces composés.

## 11. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence à la présente méthode du CWEA;
- l'identification complète de l'échantillon;
- préparation de l'échantillon (la date de la préparation de la prise d'essai, les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis) ;
- le tableau de résultats des essais (exemple repris ci-dessous)

	unité	numéro bouteille							
		4	5,3	6,7	8	9,3	10,7	pH naturel	12
pH à atteindre									
prise d'essai	g de mat. sèche								
prise d'essai en mat brut*	g de mat. Brut								
volume de lixiviant **	ml								
Volume de l'acide	ml								
Concentration de l'acide	mol/l								
Volume de la base	ml								
concentration de la base	mol/l								
quantité H3O+ ou OH- nécessaire pour atteindre pH voulu	mol/kg MS								
L/S résultant	l/kg								
pH final									

- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

## 12. Référence

CEN/TS 15364 : 2006 : Caractérisation des déchets –Essais de comportement à la lixiviation – Essai de capacité de neutralisation acide et basique.