

E-I-4v1 : DÉTERMINATION DES MATIÈRES EN SUSPENSION – METHODE PAR FILTRATION SUR FILTRE EN FIBRES DE VERRE ET GRAVIMETRIE

1. Objet

La présente méthode de référence spécifie une méthode de détermination gravimétrique des matières en suspension par filtration sur filtre en fibres de verre.

2. Domaine d'application

Analyse des matières en suspension dans les eaux brutes, les eaux usées et les effluents.
La limite inférieure de dosage est de 2 mg/l.

3. Définitions et abréviations

Matières en suspension : matières éliminées par filtration ou centrifugation dans des conditions définies (ISO 6107-2 : 1997, terme 4.25.3).

Eaux brutes : eaux souterraines – eaux de surfaces.

Eau de surface; eau superficielle : eau qui coule, ou qui stagne, à la surface du sol (ISO 6107-1 : 2004, terme 74).

Eau souterraine : eau qui est retenue et qui peut généralement être récupérée au sein ou à travers d'une formation souterraine (ISO 6107-1 : 2004, terme 41).

Effluent : eau ou eau résiduaire provenant d'une enceinte fermée telle qu'une station de traitement, un complexe industriel ou un étang d'épuration (ISO 6107-1 : 2004, terme 31).

Eau résiduaire industrielle : eau rejetée après son utilisation dans un procédé industriel, ou après sa production au cours de ce procédé, et qui n'a aucune valeur immédiate en ce qui concerne ce procédé (ISO 6107-1 : 2004, terme 44).

Eau usée - eau résiduaire domestique: eau provenant des rejets d'une collectivité (ISO 6107-1: 2004, terme 65).

4. Interférence

L'huile et les liquides organiques non miscibles peuvent être retenus sur le filtre et être partiellement volatilisés lors du séchage à (105 ± 2) °C. Cependant, dans le cas où une importante quantité d'huile est présente dans l'échantillon et qu'elle devrait être dosée séparément, il convient que le résidu filtré et lavé avec de l'eau ne contienne plus d'huile. Pour ce faire, il peut être lavé dans l'éthanol puis dans l'hexane avant d'être séché à (105 ± 2) °C. Si cette méthode est appliquée, il convient de le mentionner avec les résultats de l'essai car certains matériaux – autres que huileux – ont pu être également extraits.

5. Principe

A l'aide d'un équipement de filtration sous vide ou sous pression, l'échantillon est filtré sur un filtre en fibres de verre. Le filtre est ensuite séché à 105 °C et la masse du résidu retenu sur le filtre est déterminée par pesée.

6. Conditionnement et conservation de l'échantillon

Les échantillons doivent être de préférence placés dans des flacons d'un matériau transparent. Eviter de remplir complètement les flacons afin de permettre un mélange efficace lors de l'agitation du flacon.

La mesure doit être effectuée dans les plus brefs délais, si possible dans les 4 heures suivant le prélèvement. Conserver les échantillons qui ne peuvent être analysés dans les 4 heures à l'abri de la lumière, à une température comprise entre 1 et 5 °C, mais ne pas congeler l'échantillon. Il est recommandé d'interpréter avec réserve les résultats obtenus à partir d'échantillons analysés après plus de 2 jours de conservation. N'ajouter aucun adjuvant pour la conservation des échantillons. Si la durée entre l'échantillonnage et l'analyse dépasse 2 jours, l'indiquer dans le rapport, ainsi que les conditions de conservation.

7. Appareillages et matériels utilisés

7.1 Equipement de filtration sous vide ou sous pression adapté aux filtres choisis :

L'équipement de filtration sur membrane peut, dans la plupart des cas, être utilisé pour d'autres types de filtres. La perméance du plateau support du filtre doit être suffisante pour permettre à l'eau de circuler librement.

7.2 Filtres en fibres de verre borosilicaté devant remplir les critères suivants :

- ne contenir aucun liant,
- être de forme circulaire et avoir un diamètre adapté à l'équipement de filtration,
- avoir une masse surfacique comprise entre 50 et 100 g/m²,
- la perte de masse dans un essai blanc doit être inférieure ou égale à 0.017 mg/cm² (pour le diamètre le plus courant : 47 mm), ce qui correspond à une perte de masse inférieure ou égale à 0.3 mg.



Essai à blanc

La vérification de la perte de masse s'effectue en appliquant les instructions opératoires mais en utilisant à la place de l'échantillon, 150 ml d'eau désionisée. Vérifier séparément chaque boîte ou lot. Utiliser 3 disques filtrants préalablement séchés à l'étuve pendant 1 h à 105 °C, choisis au hasard, de façon à accroître la sensibilité de l'essai.

La perte de masse doit être inférieure à 0.3 mg/filtre.

Le résultat du dosage dépend dans une certaine mesure du type de filtre utilisé, il est donc recommandé que le type de filtre soit spécifié.

7.3 Etuve dont la température peut être maintenue à (105 ± 2) °C

7.4 Balance analytique d'une précision d'au moins 0.1 mg

7.5 Support de séchage ayant un matériau de surface approprié pour supporter les filtres dans l'étuve

7.6 Matériel courant de laboratoire

8. Réactifs utilisés

8.1 Suspension de référence :

cellulose microcristalline, 500 mg/l (solution mère).

Peser 0.500 g de cellulose microcristalline $(C_6H_{10}O_5)_n$, préalablement séchée à l'étuve pendant 1 heure à 105 °C, qualité pour chromatographie sur couche mince (CCM) ou équivalent, et la transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1000 ml, compléter au trait avec de l'eau désionisée. Bien agiter la suspension avant utilisation.

La suspension peut être conservée au moins trois mois.

8.2 Suspension de référence de travail :

50 mg/l (solution fille).

Agiter la suspension de référence (voir 8.1) jusqu'à ce qu'elle soit complètement homogène. Verser sans attendre 100 ± 1 ml dans une burette graduée de 100 ml. Transférer quantitativement ce volume dans une fiole jaugée de 1000 ml, et compléter au trait avec de l'eau désionisée. Bien agiter la suspension avant utilisation.

Préparer ce réactif le jour de l'essai.

9. Mode opératoire

- Laisser les échantillons s'équilibrer à la température ambiante.
- Sécher préalablement les filtres à l'étuve pendant 1 h à 105 °C.
- S'assurer que les filtres satisfont à l'exigence voulant que la perte de masse ne dépasse pas 0.3 mg par filtre (7.2).
- Laisser le filtre s'équilibrer à température ambiante à proximité de la balance.
- Peser le filtre à 0.1 mg près, éviter soigneusement de contaminer le filtre par des poussières, par exemple en utilisant un dessiccateur.
- Placer le filtre (partie lisse en bas) dans l'entonnoir du système de filtration (7.1) et connecter à un dispositif d'aspiration sous vide (ou sous pression).
- Agiter vigoureusement le flacon et transférer immédiatement et d'un seul trait un volume convenable d'échantillon dans une éprouvette graduée. Lire le volume avec une précision d'au moins 2 %.
- Choisir un volume d'échantillon de sorte que la masse du résidu sec déposé sur le filtre soit comprise dans la gamme optimale de dosage, soit entre 5 et 50 mg, par exemple 100 ml d'échantillon. Cependant, éviter d'utiliser des échantillons de plus de 1 L. Le résultat doit, pour être correct être obtenu à partir d'un résidu sec d'au moins 2 mg. Lorsque l'échantillon à analyser est fortement chargé, la prise d'essai sera plus petite que 100ml. Les volumes < 25 ml doivent être déterminés par pesée.
- Filtrer l'échantillon
Remarque : La filtration s'effectue normalement en moins d'1 minute. Cependant, certains types d'eau contiennent des particules qui bouchent les pores du filtre ou réduisent leur diamètre d'ouverture. Ceci ralentit la filtration, et les résultats peuvent être fonction du volume de l'échantillon. Si l'on constate que le filtre a été bouché, il convient de répéter le dosage avec de plus petits volumes d'échantillon. Dans de tels cas, il est recommandé d'interpréter les résultats avec précaution.
- Rincer l'éprouvette avec de l'eau désionisée (minimum 20 ml), et utiliser cette portion pour laver le filtre et le système de filtration. Si l'eau est très chargée, laver de nouveau le filtre avec trois volumes de 50 ml d'eau désionisée.
- Libérer le dispositif sous vide (ou sous pression) lorsque le filtre est pratiquement sec. Retirer avec précaution le filtre de l'entonnoir à l'aide de pinces à extrémités plates. Si nécessaire, le filtre peut être plié.
- Placer le filtre sur le support de séchage (verre de montre) et le sécher dans l'étuve à (105 ± 2) °C pendant au moins 1 h et au plus 14 h à 16 h.
- Retirer le filtre de l'étuve et le laisser s'équilibrer à température ambiante à proximité de la balance et le peser.
- Peser le filtre chargé à 0.1 mg près
- Effectuer l'essai en double

10. Essai de contrôle

Répéter le mode opératoire (9) en utilisant 200 ml de suspension de référence de travail (8.2) comme échantillon. Le rendement doit être compris entre 90 et 110 %.



11. Calcul

La teneur en matières en suspension est obtenue par la formule suivante:

$$x = \frac{(m - m') * 1000}{V}$$

dans laquelle:

x représente la teneur en mg/l des matières en suspension

m représente la masse du filtre après filtration, en mg

m' représente la masse du filtre avant filtration, en mg

V représente le volume en ml d'échantillon filtré. Si l'échantillon a été pesé, 1 g est considéré comme équivalent à 1 ml.

Reporter les résultats inférieurs à 2 mg/l, comme étant "inférieurs à 2 mg/l" et les autres résultats en mg/l avec 2 chiffres significatifs.

12. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence à la présente méthode de la Région wallonne ;
- La date et le lieu de l'essai ;
- L'identification complète de l'échantillon ;
- Le fabricant et le type de filtre utilisé (7.2) ;
- Les résultats du dosage conformément au point 11 ;
- Les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

13. Références

NBN EN 872 : 2005 – Qualité de l'eau – Dosage des matières en suspension – Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre

ISO 6107-1 : 2004 – Qualité de l'eau – Vocabulaire – Partie 1

ISO 6107-2 : 1997 – Qualité de l'eau – Vocabulaire – Partie 2

