

ANNEXE B

MÉTHODES ANALYTIQUES DU LABORATOIRE DE PPG



PPG Canada inc.
Beauharnois

Procédure: PRO-80007-03
Laboratoire

Titre: PROCÉDURE DE MERCURE DANS L'EAU

Émission

Par: <u>Sylvie Black</u>	Date: <u>17 mars 98</u>	App. par: <u>Denis Faucher</u> <u>M. Champagne</u>
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Responsabilité: Technicien du laboratoire

Objet: Déterminer le Hg par la technique de vapeur froide d'absorption atomique. Cette méthode est basée sur l'absorption des radiations de vapeurs de mercure à 253.7 nm. Le mercure est réduit au stade de l'élément et aérer d'une solution dans un système ouvert. Les vapeurs de mercure passent à travers une cellule positionnée dans un rayon de lumière d'un appareil à absorption atomique. L'absorbance est mesuré en fonction d'une concentration de mercure.

Révision:

Par: _____	Date: _____	App. par: _____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Ouvrages de références: EPA Storet no total 71900
Standard methods for the examination of water & waste water 3112B

Informations de nature chimique:

Acétone
Perchlorate de magnésium
Etalon de mercure 1 ml = 1 mg Hg
HNO₃ concentré, HNO₃ 1:1, HNO₃ 1:4
Permanganate de potassium - 5%
Hydrochlorure d'hydroxylamine 12%
Chlorure stanneux 10%
H₂SO₄ concentré, 2.0N
Persulfate de potassium 4%
Graisse silicone

Pour informations sur les fiches signalétiques de ces produits ou imprimer leurs étiquettes S.I.S.S. consulter PRO-73041.

Santé-Sécurité: Porter des lunettes de sécurité en tout temps et utiliser la hotte lors de la purge des échantillons.

Environnement: (SO)

ISO	Date:	App par:
Élément: 4.10	24/4/98	M. Champagne
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Renseignements particuliers:

Balance #WI-80004, Tamis 14 MESH

Matériel:

Absorption atomique no AE-80060, Enregistreur, pompe, lampe à cathode creuse pour analyse du mercure

Application: Eau des stations 1-2-3-4-5

Eau du réservoir d'ajustement de pH

Eau de rivière

Eau des puits du parc à déchet

MÉTHODOLOGIE:

A. Préparation de la verrerie

1. Identifier en duplicata les bouteilles BOD
2. Dégraisser les bouchons de verre et les goulots des bouteilles.
3. Laver les bouteilles à l'acide HNO_3 1:4
4. Rincer à l'eau 2 à 3 fois.
5. Ajouter à chaque bouteille BOD environ 50 ml d'eau.

B. Préparation des étalons et des échantillons

1. Pour préparer l'étalon de Hg on utilise deux fioles jaugées de 500 ml que l'on nettoie avec HNO_3 1:1 et que l'on rince avec H_2O distillée.
2. Dans ces deux fioles jaugées, ajouter environ 400 ml de H_2O distillée + 2.5 ml HNO_3 concentré.
3. Dans la première fiole jaugée pipetter 5 ml de solution de référence 1 ml = 1 mg Hg. Compléter à 500 ml avec H_2O distillée et brasser de façon à avoir un étalon de Hg de 10 ug/ml.
4. De cette première fiole jaugée pipetter 5 ml et ajouter à la deuxième fiole jaugée. Compléter à 500 ml avec H_2O distillée et brasser de façon à avoir un étalon de Hg de 0.1 ug/ml.
5. Pipetter ensuite 10 ml de cette solution dans les deux bouteilles BOD identifiés 1.0 de façon à avoir deux étalons 1.0 ug.
6. Ajouter ensuite les échantillons aux bouteilles BOD correspondantes (i.e. duplicata) selon les volumes suivants:

Stations 1-2-3-4-5	50 ml
Réservoir d'ajustement de pH	10 ml
Eau de rivière	50 ml
Demandes d'analyses spéciales (DAS)	selon chaque cas précis
Eau des puits du parc à déchet	50 ml (Note A)

7. À chaque bouteille BOD ajouter:
 - 5 ml H_2SO_4 conc.
 - 2.5 ml HNO_3 conc.
 - 15 ml KMnO_4 environ 5 %
 - 10 ml $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 4%
8. Mettre dans un bain d'huile à 95° C pour 1h30.
9. Refroidir à la température de la pièce.

C. Préparation de l'absorption atomique

1. Ouvrir l'appareil d'absorption atomique et laisser chauffer. S'assurer que la longueur d'onde est réglée à 253.7 nm.
2. Régler le bouton SIGNAL à la position LAMP et augmenter l'énergie à 7 avec le bouton LAMP.
3. Mettre ensuite le bouton SIGNAL en position SET UP et augmenter le gain à 53 avec le bouton GAIN.
4. Avec un essuie-tout " Kimwipes " nettoyer les fenêtres de l'appareil à absorption atomique de même que les fenêtres de la cellule.
5. Fixer ensuite un BOD pourvu d'un aérateur (tous les deux préalablement nettoyés avec HNO₃ 1:1 et rincer avec H₂O distillée) au montage d'analyse.
6. Mettre en marche la pompe pour l'air (2 litres/min).
7. Mettre le bouton SIGNAL à la position ABS. Le bouton MODE étant en position CONT celui-ci donne présentement des lectures continues.
8. Régler ce bouton MODE à la position PKHT.
9. Régler le temps de lecture à 30.0 sec et mettre à zéro en pesant sur le bouton AZ. On peut refaire quelques lectures pour s'assurer de la stabilité de l'appareil..
10. Entrer le standard en pesant 1.000 et le bouton S1.
11. Peser sur 2 et le bouton AVE pour que l'appareil puisse donner une lecture de moyenne pour le deuxième échantillon du duplicata.
12. ** Les boutons RECORDER et BG CORRECTOR demeurent respectivement en position ABS et AA

D. Préparation de l'enregistreur

1. Ouvrir l'enregistreur.
2. S'assurer que le bouton CHART SPEED est en cm/h, que le bouton 20 est enfoncé et que le vernier est à 0.5 mV/cm.
3. Peser sur le bouton START et abaisser le bouton PEN UP qui permet de descendre la plume de droite.
4. Régler le bouton INPUT en position MEAS et s'assurer que lorsque l'absorption atomique indique 0.000 d'absorbance, la plume de l'enregistreur suit la ligne 0 sur la charte. Si tel n'est pas le cas, le bouton POSITION nous permet de faire l'ajustement nécessaire.

E. Procédure d'analyse

1. Purger préalablement tous les bouteilles BOD sous une hotte pendant environ 1 minute.
2. Dans l'échantillon 1.0 ug, mettre 6 ml d'hydrochlorure d'hydroxylamine et brasser pour décolorer.
3. Ajouter 5 ml de chlorure stanneux et brancher immédiatement sur le montage sans ouvrir la valve à air. Brasser 10 secondes.

4. Ouvrir ensuite la valve à air.
5. Peser sur bouton " READ " de l'absorption atomique. Attendre que l'enregistreur démontre que l'étalon aie atteint son maximum et commence à redescendre avant de le retirer du montage.
6. Noter la lecture en absorbance.
7. Refermer la valve à air quand la plume de l'enregistreur est revenue à la ligne de base. Procéder de la même façon avec le deuxième étalon 1.0 ug. ** Cette fois la lecture sera la moyenne des deux étalons 1.0 ug.
8. Sur l'absorption atomique mettre le bouton SIGNAL en position CONC et peser sur le bouton S1 pour entrer la lecture comme étant la valeur de l'étalon 1.0 ug.

Au milieu de la ronde d'analyse, vérifier en duplicata un étalon 1.0 ug. On doit récupérer entre 90% et 110%. Autrement corriger les résultats subséquents en fonction du résultat obtenu pour l'étalon.

9. Effectuer les étapes 2 à 5 avec un témoin (H₂O distillée) ayant subit les mêmes traitements que tous les échantillons
10. Noter les lectures (en duplicata) qui cette fois sont en concentration.
11. Procéder de la même façon (étapes 2 à 5) pour tous les échantillons subséquents en prenant soin de déduire la valeur du témoin de la valeur obtenue pour chaque échantillon.
12. Inscrire les résultats sur les formulaires:

FOR 80425 Eau des stations 1-2-3-4-5
FOR 80449 Eau du réservoir d'ajustement de pH

FOR 80425 Eau de rivière
FOR 80414

FOR 80426 Eau des puits du parc à déchet
FOR 80427

CALCULS:

$$\frac{\text{ug}}{\text{ml échant}} \times \frac{\text{ml}}{1.0 \text{ g}} = \text{ppm Hg}$$

$$\frac{\text{ug}}{\text{ml échant}} \times \frac{\text{ml}}{1.0 \text{ g}} \times \frac{1000 \text{ ng}}{\text{ug}} = \text{ppb Hg}$$

F. Préparation des solutions:

1. Solution de permanganate de potassium environ 5 % (KMnO₄)

Sur la balance WI-80004, peser 170 g de permanganate de potassium. Dans un contenant ambré en verre, mettre environ 3000 ml de H₂O distillée. Ajouter le permanganate de potassium et faire dissoudre en faisant brasser sur un agitateur magnétique. Compléter à la ligne de 3500 ml avec H₂O distillée. Laisser brasser au moins une journée avant d'utiliser, le permanganate de potassium étant assez long à dissoudre. ** On utilise 170g/3500 ml au lieu de 175 g/3500 ml parce qu'il était impossible à 175 g de dissoudre complètement le permanganate de potassium.

2. Solution de persulfate de potassium 4% (K₂S₂O₈)

Sur la balance WI-80004, peser 160 g de persulfate de potassium. Dans un contenant de verre, mettre environ 3500 ml de H₂O distillée. Ajouter le persulfate de potassium et faire dissoudre en faisant brasser sur un agitateur magnétique. Compléter à la ligne de 4 litres avec H₂O distillée. Laisser brasser au moins une journée avant d'utiliser.

**Comme le persulfate de potassium est très difficile à dissoudre la solution à 4% est préparé au lieu d'une solution à 5%. Par contre au lieu de mettre 8 ml de cette solution dans les bouteilles BOD d'échantillon nous en ajoutons 10 ml. De cette façon le même nombre de gramme de persulfate de potassium est ajouté à chaque échantillon.

3. Solution d'hydrochlorure d'hydroxylamine 12 % (NH₂OH - HCL)

Sur la balance WI-80004, peser 12 g, de chlorure de sodium et 12 g d'hydrochlorure d'hydroxylamine pour chaque 100 ml de solution d'hydrochlorure d'hydroxylamine 12 % que l'on veut préparer. Sachant que chaque bouteille BOD à analyser nécessite 6 ml de cette solution, déterminer le volume requis pour l'utilisation. Déterminer le nombre de gramme requis et compléter jusqu'au volume déterminé avec H₂O distillée.

**Cette solution doit être fraîchement préparée à chaque jour.

4. Solution de chlorure stanneux 10% (SnCl₂)

Sur la balance WI-80004, peser 10 g de chlorure stanneux pour chaque 100 ml de solution de chlorure stanneux 10 % que l'on veut préparer.

Sachant que chaque bouteille BOD à analyser nécessite 5 ml de cette solution, déterminer le volume requis pour l'utilisation. Déterminer le nombre de gramme requis et compléter jusqu'au volume déterminé avec H₂SO₄ 2.0N.

Mettre cette solution sur un agitateur magnétique pour dissoudre.

** Cette solution doit être fraîchement préparée à chaque jour.

5. Solution d'acide sulfurique 2.0N (H₂SO₄)

Mettre environ 1500 ml de H₂O distillée dans une fiole jaugée de 2000 ml. Sous la hotte ajouter 112 ml de H₂SO₄ conc. Mélanger sur un agitateur magnétique et compléter à 2000 ml avec H₂O distillée. Laisser refroidir à la température de la pièce avant d'utiliser.

6. HNO₃ 1:1

Mettre H₂O distillée jusqu'au trait équivalent à 1750 ml. Sous la hotte compléter jusqu'au deuxième trait (3500 ml) avec HNO₃ concentré. Bien brasser pour mélanger avant d'utiliser.

7. HNO₃ 1:4

Mettre H₂O distillée jusqu'au trait équivalent à 9 litres. Vider une bouteille de HNO₃ concentré (2.25 litres).

G. Préparation des tubes asséchants (desiccant)

Ouvrir un pot de perchlorate de magnésium et verser une certaine quantité dans un tamis de 14 MESH. Brasser pour tamiser et recueillir les grains qui sont demeurés sur le tamis.

** Les grains passant au travers du tamis sont trop petits et ont tendance à se compacter et peuvent causer des problèmes lors de l'analyse. C'est pourquoi ils ne sont pas utilisés. Les grains du dessus sont conservés dans un bouteille bien fermée jusqu'à leur utilisation.

Les tubes asséchants sont nettoyés avec HNO₃ 1:1, rincés avec H₂O distillée puis acétone. Ensuite ils sont asséchés avec de l'air.

À un bout du tube on met de la laine de verre 8 micron, du perchlorate de magnésium puis on complète à l'autre bout avec de la laine de verre.

Enduire chaque extrémité de graisse silicone et terminer avec les capuchons et bouchons.

Note A:

Comme les échantillons d'eau des puits du parc à déchets contiennent parfois de la boue, ils deviennent nécessaires de les filtrer. C'est une filtration sous-vide utilisant des filtres de fibre de verre de type A/E.

Note B :

Les échantillons doivent être conservés au réfrigérateur, à 4 °C jusqu'au moment de l'analyse.



PPG Canada inc.
Beauharnois

Procédure: PRO-80080-03
Laboratoire

Titre: PROCÉDURE DE CHLORURE DANS L'EAU DE RIVIÈRE, STATIONS NO 4 & 5 ET EAUX DU PARC À DÉCHETS

Émission

Par: <u>Sylvie Black</u>	Date: <u>17 mars 98</u>	App. par: <u>Denis Faucher</u> <u>M. Champagne</u>
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Responsabilité: Technicien du laboratoire

Objet: Déterminer la concentration de chlorure (Cl⁻) dans l'eau en titrant avec une solution de nitrate mercurique. L'indicateur (nitroprusside de sodium) permet de révéler une turbidité blanche Hg Fe (CN) ; NO lorsque le mercure est en excès.

Révision:

Par: _____	Date: _____	App. par: _____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Ouvrages de références: PPG Chemical du. Méthode #A-9A
BW-4-6X

Informations de nature chimique:

Nitrate mercurique HgNO₃ 0.0175N
Nitroprusside de sodium 10% (NOTE A)
HN03 1:1

Pour informations sur les fiches signalétiques de ces produits ou imprimer leurs étiquettes S.I.S.S. consulter PRO-73041.

ISO	Date:	App par:
Élément		
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Santé-Sécurité: Porter des lunettes de sécurité.

Environnement: (SO)

Renseignements particuliers:

Application: Eau de rivière et station 4 & 5
Eaux du parc à déchets

Matériel: Burette ambrée 25 ml.
Balance analytique WI-80004

MÉTHODOLOGIE:

1. Prendre 2 fioles coniques de 250 ml. de verre.
2. Ajouter 100 ml. d'eau distillée à la première. Celle-ci sera le témoin.
3. À la seconde ajouter, pour les stations 4 & 5, environ 90 ml H₂O distillée et 10 ml. d'échantillon. Pour les eaux du parc à déchets référer vous aux volumes indiqués sur FOR80426-00 et FOR80427-00.

4. Ajouter aux 2 fioles coniques ~ 5 ml HNO_3 1:1.
5. Ajouter aux 2 fioles coniques 5-6 gouttes de nitroprusside de sodium.
6. Titrer avec HgNO_3 0.0175N jusqu'à ce qu'une légère turbidité persiste. Noter le volume.
7. Soustraire le volume du témoin de celui de l'échantillon.
8. Inscrire le résultat sur le formulaire:

FOR 80414	Eau de rivière et stations 5 (analyses trimestrielles)
FOR 80449	Station 4-5
FOR 80426 et FOR 80427	Eau du parc à déchets

Calcul: 1 ml HgNO_3 0.0175N = 1 mg NaCl

$$\frac{\text{mg NaCl} \times \text{ml} \times 1000 \text{ ug} \times 35.5 \text{ g (Cl)}}{\text{ml. échant.} \times 1.0\text{g} \times \text{mg} \times 58.5 \text{ (NaCl)}} = \text{ppm Cl}$$

ou

$$\frac{\text{mgNaCl} \times \text{ml} \times 1000 \text{ ug}}{\text{ml. échant.} \times 1.0\text{g} \times \text{mg}} = \text{ppm NaCl}$$

Note A. Préparation du Nitroprusside de sodium 10%

1. Sur la balance WI-80004, peser 100 g. de Nitroprusside de sodium et mettre dans un volumétrique de 1000 ml.
2. Compléter avec H_2O distillée et laisser dissoudre complètement en faisant tourner un barreau magnétique.
3. Transvider dans une bouteille ambrée de 1000 ml.

Note B. Préparation de HNO_3 1:1

1. Mettre de l'eau distillée jusqu'à la marque H_2O dans la bouteille prévue à cet effet.
2. Aller ensuite sous la hotte pour compléter avec HNO_3 jusqu'à la marque HNO_3 .
 - > Toujours ajouter acide à l'eau
 - > Jamais ajouter l'eau à l'acide

1. Bien mélanger

Note C. Les échantillons doivent être conservés au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse.