

EAUX RESIDUAIRES DOSAGE DES HYDROCARBURES DANS L'EAU PAR SPECTROGRAPHIE INFRAROUGE

Page 1/9

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de déterminer la teneur en hydrocarbures dans les eaux résiduelles (eaux d'égouts, eaux de rivières).

2.PRINCIPE

Après purification de l'échantillon (saturation au chlorure de sodium, acidification à pH de 3 à 4, extraction au tétrachlorure de carbone et lavage au silicate de magnésium), doser les hydrocarbures par spectrophotométrie infrarouge dans le domaine spectral qui correspond aux vibrations de valence des liaisons carbone-hydrogène définissant les bandes d'absorption des fonctions présentes dans l'échantillon :

- Chaîne aliphatique de substitution :
vibration - CH₂ - asymétrique à 2924 cm⁻¹.
- Ramification ou terminaisons des chaînes alkyles de substitution :
vibration - CH₃ - asymétrique à 2959 cm⁻¹.
- Noyau aromatique :
vibration - CH à 3030 cm⁻¹.

Calculer la somme des absorptions des bandes présentes, chacune d'elles étant affectée d'un facteur de correction qui est une fonction inverse de l'intensité de la bande.

$$A_{\text{total}} = 1,1.A_{3030} + 0,12.A_{2959} + 0,19.A_{2924}$$

La teneur en hydrocarbures sera déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROPHOTOMETRE INFRAROUGE

de domaine spectral 4000 à 800 cm⁻¹, muni de 2 cuves de 1 mm de chemin optique avec des fenêtres en bromure de potassium ou chlorure de sodium.

3.2.PH-METRE

3.3.AGITATEUR MAGNETIQUE

muni d'un barreau aimanté téflonné.

3.4.CENTRIFUGEUSE

capable d'opérer à 5000 tr/min.

3.5.EPROUVETTES

de 500 ml.

3.6.BECHERS

de 600 ml forme haute.

3.7.AMPOULES A DECANter

de 1000 ml.

3.8.ERLENMEYERS

de 50 ml avec bouchons rodés.

3.9.FIOLES JAUGÉES

de 50 ml.

3.10.PIPETTES DE PRECISION

de 5 - 10 - 15 - 20 - 25 ml.

3.11.SERINGUE

de 2 ml.

4.PRODUITS**4.1.CHLORURE DE SODIUM CRISTALLISE**

pour analyses.

4.2.TETRACHLORURE DE CARBONE

de qualité pour analyses.

4.3.ACIDE CHLORHYDRIQUE N**4.4.SILICATE DE MAGNESIUM**

de granulométrie 120-200 mesh.

4.5.TRIMETHYL 2,2,4 PENTANE (ISOOCTANE)

de qualité pour analyses.

4.6.HEXADECANE

de qualité pour analyses.

4.7.BENZENE

de qualité pour analyses.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

5.1.1.PURIFICATION DE L'ECHANTILLON (ELIMINATION DES TENSIOACTIFS)

Après homogénéisation, avec l'agitateur magnétique (3.3), de la phase aqueuse à analyser, introduire dans un bécher (3.6) environ 500 ml de l'échantillon prélevé à l'aide de l'éprouvette (3.5). Soit V ce volume. Ajouter 88 g de chlorure de sodium (4.1), agiter avec l'agitateur magnétique jusqu'à dissolution complète du sel. Acidifier l'échantillon avec l'acide chlorhydrique N (4.3) jusqu'à l'obtention d'un pH3 (le contrôle de cette opération se fera à l'aide du pH-mètre (3.2)).

5.1.2.EXTRACTION

Transvaser l'échantillon traité selon le paragraphe 5.1.1 dans une ampoule à décanter de 1000 ml (3.7). Ajouter environ 20 ml de tétrachlorure de carbone (4.2). Agiter énergiquement durant 5 minutes. Laisser décanter durant 10 minutes.

5.1.3.CENTRIFUGATION

Pour optimiser la séparation des deux phases lors de l'extraction, il est conseillé de centrifuger (3.4) toute la phase solvante ainsi qu'une petite fraction aqueuse. Recueillir la phase tétrachlorure de carbone dans un erlenmeyer de 50 ml (3.8) préalablement taré. Réintroduire dans l'ampoule (3.7) la phase aqueuse résiduelle. Opérer une deuxième extraction sur l'échantillon, recueillir la phase de décantation dans l'erlenmeyer (3.8). Peser. Soit M la masse obtenue.

5.1.4.LAVAGE DE L'EXTRAIT

Dans l'erlenmeyer (3.8) contenant l'extrait au tétrachlorure de carbone, introduire environ 2 g de silicate de magnésium (4.4). Agiter durant 1 minute, puis laisser déposer jusqu'à l'obtention d'une couche surnageante parfaitement limpide.

5.2.ANALYSE SPECTROPHOTOMETRIQUE INFRAROUGE

5.2.1.MESURE

- Le dosage de l'échantillon se fait par spectrophotométrie infrarouge différentielle à l'aide de cuves à liquide (3.1) de 1 mm de chemin optique. Introduire, à l'aide de la seringue (3.11), du tétrachlorure de carbone (4.2) dans l'une des cuves qui sera placée sur le faisceau de référence du spectrographe.
- Remplir l'autre cuve avec la solution à analyser (ou l'étalon) préparée selon le paragraphe 5.1, placer cette cuve sur le trajet du faisceau de mesure du spectrographe.
- Enregistrer le spectre infrarouge (voir spectrogramme) entre 4000 et 800 cm^{-1} .

Remarques :

- Les cuves à liquide doivent être parfaitement remplies et ne présenter aucune bulle d'air sur le trajet du faisceau optique.
- L'état de surface des fenêtres en KBr ou NaCl doit être parfaitement plan, les polir le cas échéant.

5.2.2.ANALYSE DU SPECTROGRAMME INFRAROUGE

L'analyse du spectrogramme infrarouge permet de déceler :

- La présence éventuelle de produits polaires tels que les tensioactifs.
Dans ce cas, il faut ajouter du silicate de magnésium et renouveler le lavage du § 5.1.4 de l'extrait au tétrachlorure de carbone jusqu'à la disparition totale des composés étrangers.
- La présence éventuelle d'hydrocarbures aromatiques caractérisés notamment par une bande d'absorption à 3030 cm^{-1} .