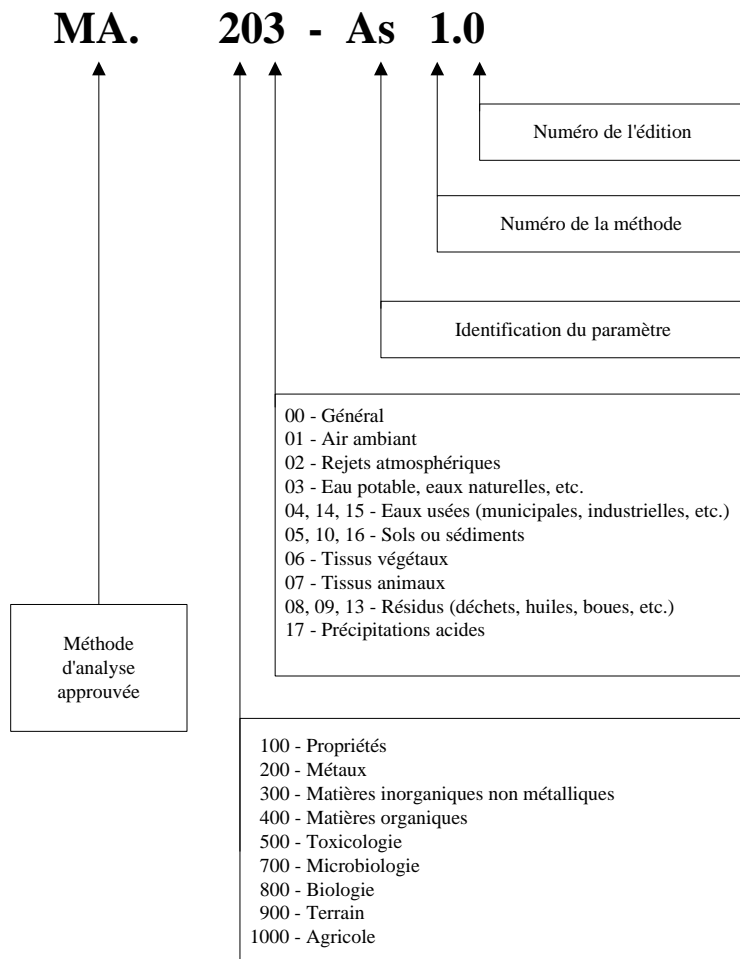


**MA. 110 – TDPAS 1.0**  
Édition : 2001-07-04  
Révision : 2006-09-21 (4)

**Méthode d'analyse**  
Détermination du potentiel acidogène des sols

## Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

**CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,**  
**Détermination du potentiel acidogène des sols, MA. 110 – TDPAS 1.0, Rév. 4, Ministère**  
**du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2006, 11 p.**

## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. FIABILITÉ	5
3.1. Interférence	6
3.2. Limite de détection	6
3.3. Limite de quantification	6
3.4. Sensibilité	6
3.5. Fidélité	6
3.6. Justesse	6
3.7. Pourcentage de récupération	6
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	7
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1. Préparation de l'échantillon	8
7.2. Détermination du contenu en soufre	8
7.3. Détermination du potentiel théorique de production d'acide	8
7.4. Étalonnage de la solution d'acide sulfurique 1,0 N	8
7.5. Préparation spéciale de la verrerie	10
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	10
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	11
10. BIBLIOGRAPHIE	11



## INTRODUCTION

Le test de détermination du potentiel acidogène des sols (TDPAS) sert à déterminer en laboratoire si un échantillon de sol contenant du soufre élémentaire et des espèces sulfurées présente le risque de s'acidifier lors de l'oxydation microbiologique du soufre. Ce test est réalisé lorsque le critère pour le contenu en soufre total dans les sols est excédé, tel qu'il est indiqué dans la Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés. Il n'est pas utilisé dans le cas des résidus miniers qui pourraient contenir des sulfures métalliques.

Dans ce test, deux étapes sont prévues : l'étape statique et l'étape cinétique. Ces étapes qui conduisent toutes deux à la détermination d'un potentiel acidogène du sol, exprimé sous la forme d'une valeur de pH, sont ensuite comparées à un pH de référence. Dans cette méthode, seule l'étape statique sera considérée.

Cette méthode est tirée du document intitulé « Test de détermination du potentiel acidogène des sols (TDPAS) » publié par l'Université Laval.

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cet essai est utilisé pour la détermination du potentiel acidogène des sols.

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Dans une première étape, le sol est tamisé à une grosseur inférieure à 2 mm.

Dans la deuxième étape, le pH statique ( $\text{pH}_{\text{stat}}$ ), est défini comme étant le niveau de pH qui serait théoriquement atteint si tout le contenu en soufre d'un sol était oxydé en acide sulfurique. Une suspension de sol est soumise à un titrage employant une solution standardisée d'acide sulfurique et la courbe de titrage est tracée. Le contenu en soufre total ( $S_{\text{tot}}$ ) du sol est par la suite converti en son équivalent acide sulfurique ( $S_{\text{stat}}$ ) par calcul stœchiométrique. Cette valeur est rapportée sur la courbe de titrage afin d'interpoler le pH statique ( $\text{pH}_{\text{stat}}$ ).

Dans les cas particuliers où la contamination est présente depuis de nombreuses années et où il y a une forte probabilité que le soufre total présent ne soit plus sous une forme oxydable par les bactéries, il peut être envisagé de soustraire de la teneur en soufre total la concentration de sulfates avant de faire la conversion en équivalent acide sulfurique, afin d'éviter d'obtenir de faux positifs à l'étape statique. La prise en compte des sulfates à l'étape statique pourrait éviter d'avoir à réaliser l'étape cinétique.

### 3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

Le potentiel acidogène étant calculé à partir de la détermination du pH d'un solide et le pourcentage de soufre dans un échantillon solide, se référer aux méthodes appropriées pour la validation.

### 3.1. INTERFÉRENCE

Il n'y a pas d'interférence connue pour cette analyse.

### 3.2. LIMITE DE DÉTECTION

Sans objet.

### 3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

Sans objet.

### 3.4. SENSIBILITÉ

Sans objet.

### 3.5. FIDÉLITÉ

#### 3.5.1. Réplicabilité

Sans objet.

#### 3.5.2. Répétabilité

Sans objet.

### 3.6. JUSTESSE

Sans objet.

### 3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Sans objet.

## 4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif d'un poids minimum de 250 g dans un contenant.

Aucun agent de préservation n'est ajouté. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

## 5. APPAREILLAGE

Les marques de commerce apparaissant ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1 Broyeur capable de réduire un solide à une taille inférieure à 2 mm.
- 5.2 Étuve à  $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ .
- 5.3 pH-mètre et électrode.
- 5.4 Plaque agitatrice.

## 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

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 être conservées indéfiniment à la température ambiante. Elles doivent cependant être refaites si un changement de couleur est noté ou s'il y a formation de précipité.

- 6.1. Acide sulfurique,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (CAS n° 7664-93-9)
- 6.2. Carbonate de sodium,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (CAS n° 497-19-8)
- 6.3. Solutions tampons
- 6.4. Solution d'acide sulfurique 1,0 N

Diluer 28 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

- 6.5. Solution de carbonate de sodium 0,40 N

Peser exactement environ 5,3 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (cf. 6.2) (préalablement chauffé durant 4 heures à  $250\text{ °C}$ ) et le dissoudre dans environ 100 ml d'eau. Compléter à 250 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve une semaine.

## 7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie », DR-12-SCA-01, sont suivies afin de 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

- L'échantillon est séché à 105 °C.
- L'échantillon est tamisé de façon à obtenir une granulométrie inférieure à 2 mm.

### 7.2. DÉTERMINATION DU CONTENU EN SOUFRE

La détermination du potentiel théorique de génération d'acide se mesure avec le pourcentage de soufre dans l'échantillon. Ce pourcentage se détermine par une méthode de combustion de l'échantillon et dosage par infrarouge. Les détails concernant le dosage du soufre sont donnés dans le document [MA. 310 – Sou. 2.0](#), intitulé « Détermination du soufre : méthode par combustion et dosage par spectrophotométrie infrarouge ».

Puisque les sulfates interfèrent dans la détermination du soufre, il peut être nécessaire de déterminer la concentration de sulfates dans l'échantillon. Elle est déterminée par une extraction avec de l'eau et dosage par chromatographie ionique. Les détails concernant l'extraction et le dosage des sulfates sont donnés dans le document [MA. 300 - Ions 1.2](#), intitulé « Détermination des anions : méthode par chromatographie ionique ».

### 7.3. DÉTERMINATION DU POTENTIEL THÉORIQUE DE PRODUCTION D'ACIDE

#### 7.3.1. Étalonnage du pH-mètre

- Vérifier la condition de l'électrode et dégager l'orifice.
- Étalonner le pH-mètre à l'aide de solutions tampons (*cf.* 6.3).

### 7.4. ÉTALONNAGE DE LA SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE 1,0 N

- Introduire, à l'aide d'une pipette, 40 ml de la solution de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (*cf.* 6.5) 0,40 N dans un becher de 250 ml.
- Diluer à environ 100 ml avec de l'eau et titrer avec la solution d'acide sulfurique 1,0 N (*cf.* 6.4) jusqu'à pH 4,5. Noter le volume ajouté.

La concentration de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> exprimée en normalité est calculée de la façon suivante :

$$N = \frac{A \times B}{53 \times C \times V}$$

où

- N : normalité de la solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (N);
- A : poids de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> utilisé pour la préparation de la solution de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> d'environ 0,40 N (g);
- B : volume de la solution de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> d'environ 0,40 N utilisé (40 ml);
- C : volume de la solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> utilisé (ml);
- V : volume de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> préparé (litre);
- 53 : poids d'un équivalent de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> exprimé en g.

#### 7.4.1. Dosage des échantillons

**Note 1 – Il n'est pas nécessaire de faire de blanc pour cette détermination.**

- Peser une portion de 2 g d'échantillon, séché à 105 °C et tamisé à 2 mm, dans un flacon erlenmeyer de 250 ml et ajouter 100 ml d'eau. Boucher les fioles.
- Agiter pendant 24 heures avec un barreau aimanté.
- Mesurer le pH initial de l'échantillon.
- Ajouter ensuite le volume d'acide sulfurique 1,0 N (cf. 6.4) indiqué dans le tableau suivant.

**Note 2 – Le volume à ajouter est fonction de la courbe. Si la variation de pH est faible, ajouter des volumes supérieurs à 0,25 ml.**

Volume suggéré d'acide sulfurique ajouté lors du titrage

Jour	Volume de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> à ajouter (ml)	Volume cumulatif de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> à ajouter (ml)
0	0,00	0,00
1	0,25	0,25
2	0,25	0,50
3	0,25	0,75
4	0,25	1,00
5	0,25	1,25
6	0,25	1,50
7	Note 2	
8	Note 2	
9	Note 2	
...		

- Laisser agiter pendant 24 heures avant de mesurer de nouveau le pH de l'échantillon.

- Ajouter une nouvelle portion de la solution d'acide sulfurique tous les jours jusqu'à un pH d'environ 3.

### 7.5. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour cette détermination.

## 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Tracer la courbe du pH obtenu en fonction de la quantité d'acide sulfurique ajouté (exprimé en cmoles H<sup>+</sup>/kg d'échantillon).

La quantité d'acide sulfurique ajouté exprimée en centimoles d'acides par kilogramme de sol est déterminé comme suit :

$$A = \frac{V \times N \times 100}{M}$$

où

- A : quantité d'acide sulfurique ajouté (cmoles H<sup>+</sup>/kg d'échantillon);
- V : volume d'acide sulfurique ajouté (ml);
- N : normalité de l'acide sulfurique (N);
- M : masse d'échantillon (g).

Le nombre d'équivalent d'acide sulfurique provenant du soufre est déterminé comme suit :

$$S_{stat} = \left( C - \left( \frac{D \times 32,07}{96,07} \right) \right) \times 60$$

où

- S<sub>stat</sub> : nombre d'équivalents d'acide sulfurique (cmoles H<sup>+</sup>/kg);
- C : concentration de soufre (% S);
- D : concentration de sulfates (% SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>);
- 32,07 : poids moléculaire du soufre (g);
- 96,07 : poids moléculaire du sulfate (g);
- 60 : nombre de cmoles pour 1 % de soufre (cmoles H<sup>+</sup>/kg).

Déterminer graphiquement, à l'aide de la valeur obtenue en S<sub>stat</sub>, la valeur du pH<sub>stat</sub> en interpolant la valeur. Le pH<sub>min</sub> est fixé arbitrairement à 5,5.

Si la valeur du pH<sub>stat</sub> obtenue est supérieure ou égale à 5,5, l'échantillon est considéré comme non-producteur d'acide. Si la valeur est inférieure à 5,5, l'échantillon est considéré comme producteur d'acide et l'étape cinétique doit être effectuée.

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Le potentiel acidogène étant calculé à partir de la détermination du pH d'un solide et le pourcentage de soufre dans un échantillon solide, se référer aux méthodes appropriées pour la validation.

## 10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie, DR-12-SCA-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

LABORATOIRE DE MICROBIOLOGIE ENVIRONNEMENTALE, UNIVERSITÉ LAVAL, Test de détermination du potentiel acidogène des sols (TDPAS), Mai 1999.