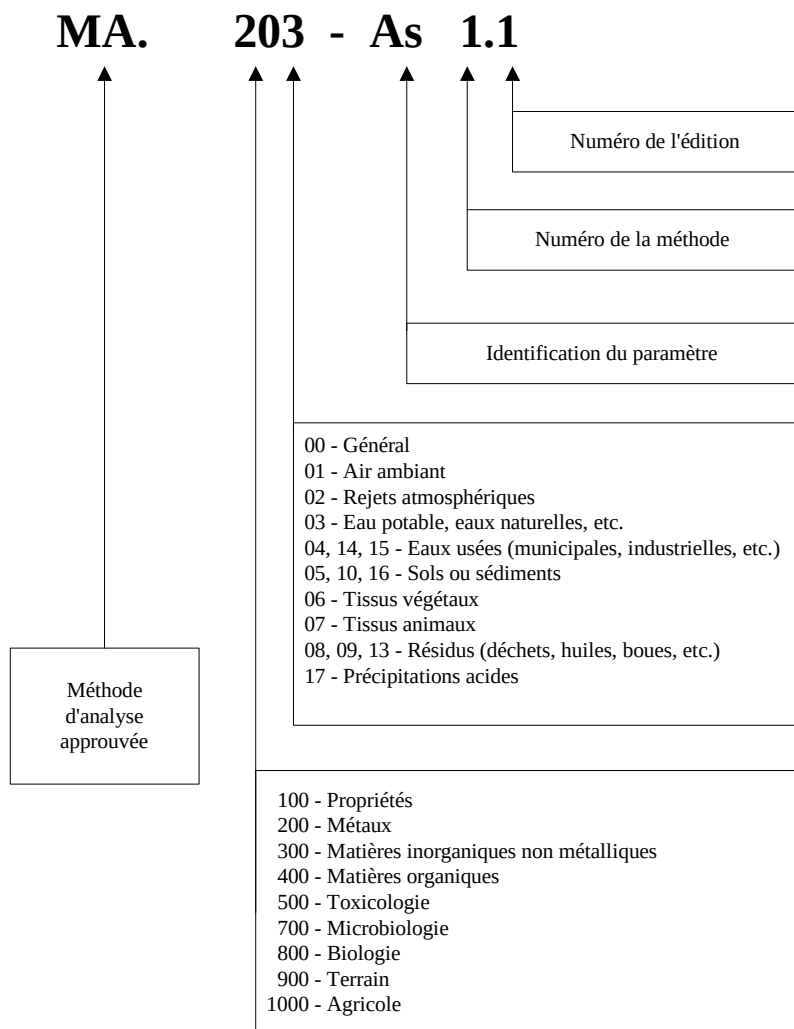


MA. 310 – Sou. 1.0
Édition : 1999-03-02
Révision : 2003-11-18 (1)

Méthode d'analyse

Détermination du soufre : méthode par combustion et
dosage titrimétrique

Exemple de numérotation :



ÉDITION APPROUVÉE LE : 2 mars 1999

Historique de la méthode

Cette méthode a été écrite pour la détermination du soufre dans les échantillons solides. Cette méthode est tirée des manuels d'instructions de « LECO Instruments ».

Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination du soufre : méthode par combustion et dosage titrimétrique. MA. 310 –
Sou. 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 12 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. FIABILITÉ	7
3.1. Interférence	7
3.2. Limites de détection	7
3.3. Limite de quantification	7
3.4. Sensibilité	7
3.5. Fidélité	8
3.6. Justesse	8
3.7. Pourcentage de récupération	8
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	8
5. APPAREILLAGE	8
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	8
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	9
7.1. Préparation des échantillons et des étalons	10
7.2. Dosage	10
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	10
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	11
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	11
10. BIBLIOGRAPHIE	12

INTRODUCTION

Le soufre est un élément visé dans la Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés. Selon celle-ci, les critères A, B et C sont respectivement 500, 1 000 et 2 000 mg/kg de matière sèche.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination de soufre dans les échantillons solides.

Le domaine d'application se situe entre 100 mg/kg et 8 000 mg/kg en poids de soufre. Diverses concentrations d'iodate peuvent être utilisées afin d'augmenter la gamme du domaine d'application.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

L'échantillon est brûlé dans un courant d'oxygène à une température suffisamment élevée pour transformer environ 97 % du soufre en dioxyde de soufre. Un coefficient d'étalonnage assure la justesse des résultats. Les produits de combustion sont barbotés dans une solution acidifiée d'iodure de potassium contenant de l'amidon comme indicateur colorimétrique. Le titrateur automatique ajoute la solution d'iodate pour maintenir la coloration constante. Le volume de titrant durant la combustion sert à mesurer la teneur en soufre de l'échantillon.

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 ».

3.1. INTERFÉRENCE

Les interférences les plus fréquentes sont le chlore à des concentrations supérieures à 1 % et l'azote à des concentrations supérieures à 0,1 %. Le degré d'interférence de l'azote varie en fonction du type de composé azoté et des conditions de combustion.

3.2. LIMITES DE DÉTECTION

La limite de détection est de 100 mg/kg de soufre.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 340 mg/kg de soufre.

3.4. SENSIBILITÉ

Sans objet.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures a été de ± 100 mg/kg à une concentration de 3 400 mg/kg.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures a été de ± 200 mg/kg à une concentration de 4 000 mg/kg.

3.6. JUSTESSE

L'erreur relative pour une série de mesures a été de 1,0 % pour une concentration de soufre de 4 000 mg/kg.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, le pourcentage de récupération du soufre a été de 95 %.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre exempt de contaminant et conserver à environ 4 °C.

Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

5. **APPAREILLAGE**

5.1. Analyseur de soufre

6. **RÉACTIFS ET ÉTALONS**

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

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée.

6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)

6.2. Hydroxyde d'ammonium, NH₄OH (CAS n° 1336-21-6)

6.3. Iodure de potassium, KI (CAS n° 7681-11-0)

6.4. Iodate de potassium, KIO₃ (CAS n° 7758-05-6)

6.5. Oxyde de magnésium (n° 501-144 de Leco), MgO (CAS n° 1309-48-4)

6.6. Poudre de fer à faible teneur en soufre (n° 501-078 de Leco), Fe

6.7. Étain métallique (n° 501-076 de Leco), Sn

6.8. Amidon soluble dans l'eau

6.9. Anneaux de soufre standardisés (environ 1 000 mg/kg S)

6.10. Acide chlorhydrique 1,5 % (V/V)

Diluer 30 ml de HCl (cf. 6.1) dans environ 1 600 ml d'eau et compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

6.11. Solution de NH₄OH 1 %

Diluer 10 ml de NH₄OH (cf. 6.2) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.12. Solution d'iodate de potassium 0,444 g/l

Dissoudre 0,444 g de KIO₃ (cf. 6.4) dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.13. Solution d'iodate de potassium 1,11 g/l

Dissoudre 1,11 g de KIO₃ (cf. 6.4) dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.14. Solution d'iodate de potassium 4,44 g/l

Dissoudre 4,44 g de KIO₃ (cf. 6.4) dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.15. Solution d'amidon 1,0 % (P/V)

Faire une suspension en ajoutant 2 g d'amidon (cf. 6.8) et 50 ml d'eau. Ajouter ce mélange, tout en agitant, à 150 ml d'eau bouillante et laisser bouillir durant 2 minutes. Laisser refroidir à la température de la pièce et ajouter 6 g de KI (cf. 6.3).

Cette solution se conserve 3 jours.

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 DES ÉCHANTILLONS ET DES ÉTALONS

Témoin

Dans un creuset, ajouter 3 cuillères d'oxyde de magnésium (cf. 6.5). Déposer délicatement 1,50 g $\pm$ 0,05 g de poudre de fer (cf. 6.6) et une cuillère d'étain (cf. 6.7). Placer le couvercle sur le creuset.

Étalon

Dans un creuset, ajouter 2 cuillères d'oxyde de magnésium (cf. 6.5). Ajouter, en pesant précisément, un anneau pour l'étalonnage. Ajouter 1 cuillère de la poudre de MgO (cf. 6.5) et déposer délicatement 1,50 g $\pm$ 0,05 g de poudre de fer (cf. 6.6) et une cuillère d'étain (cf. 6.7). Placer le couvercle sur le creuset.

Échantillon

Dans un creuset, ajouter 2 cuillères d'oxyde de magnésium (cf. 6.5). Ajouter, en pesant précisément environ 300 mg d'échantillon préalablement séché à 105 °C. Ajouter 1 cuillère de la poudre de MgO (cf. 6.5) et déposer délicatement 1,50 g $\pm$ 0,05 g de poudre de fer (cf. 6.6) et une cuillère d'étain (cf. 6.7). Placer le couvercle sur le creuset.

Note : Utiliser uniquement la portion de sol inférieure à 2 mm en broyant et tamisant si nécessaire.

7.2. DOSAGE

Détermination du facteur d'étalonnage

- Le facteur d'étalonnage est déterminé en chauffant un creuset contenant l'anneau de concentration connue en soufre. À l'aide du volume de KIO_3 obtenu, déterminer le facteur d'étalonnage. Refaire cette analyse en utilisant un autre creuset contenant l'anneau métallique jusqu'à l'obtention de deux facteurs d'étalonnage ne variant pas plus de 10 %. Ce facteur d'étalonnage est déterminé pour chacune des concentrations de KIO_3 utilisées et il est fonction de la concentration de KIO_3 utilisée.

Détermination de la concentration de soufre dans les échantillons

- Analyser les échantillons de la même façon que précédemment. Les analyses doivent être faites en duplicata.

7.3. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

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

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le facteur d'étalonnage est calculé de la façon suivante :

$$F = \frac{C_s \times P_s}{(V_s - V_b)}$$

où

- F : facteur d'étalonnage;
- C_s : concentration en soufre de l'étalon (%);
- P_s : poids pesé de l'étalon (mg);
- V_s : volume de KIO₃ utilisé pour l'étalonnage (unité);
- V_b : volume de KIO₃ utilisé pour le témoin (unité).

La concentration de soufre dans l'échantillon est exprimée en mg/kg S à l'aide de la relation suivante :

$$S = \frac{(V_e - V_b) \times F \times 10\,000}{P_e}$$

où

- S : concentration de soufre (mg/kg);
- V_e : volume de KIO₃ utilisé pour l'échantillon (unité);
- V_b : volume de KIO₃ utilisé pour le témoin (unité);
- F : facteur d'étalonnage;
- P_e : poids d'échantillon analysé (mg).

Les résultats sont exprimés sur base sèche.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Pour les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères sont définis par le responsable désigné.

Les résultats des duplicata et des replica ne doivent pas varier de plus de 400 mg/kg si la concentration de soufre est inférieure à 10 fois la limite de quantification de la méthode et de 10 % si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 60 % et 140 %. La valeur du blanc de méthode ne doit pas être supérieure à 0,002 unités sur la burette.

10. BIBLIOGRAPHIE

ASTM, Annual Book of ASTM Standards, Method D-15520-64, 1978.

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.

LECO CORPORATION, Instruction Manual for Titrators, 1975.

LECO CORPORATION, Instruction Manual for Induction Furnaces, 1974. /