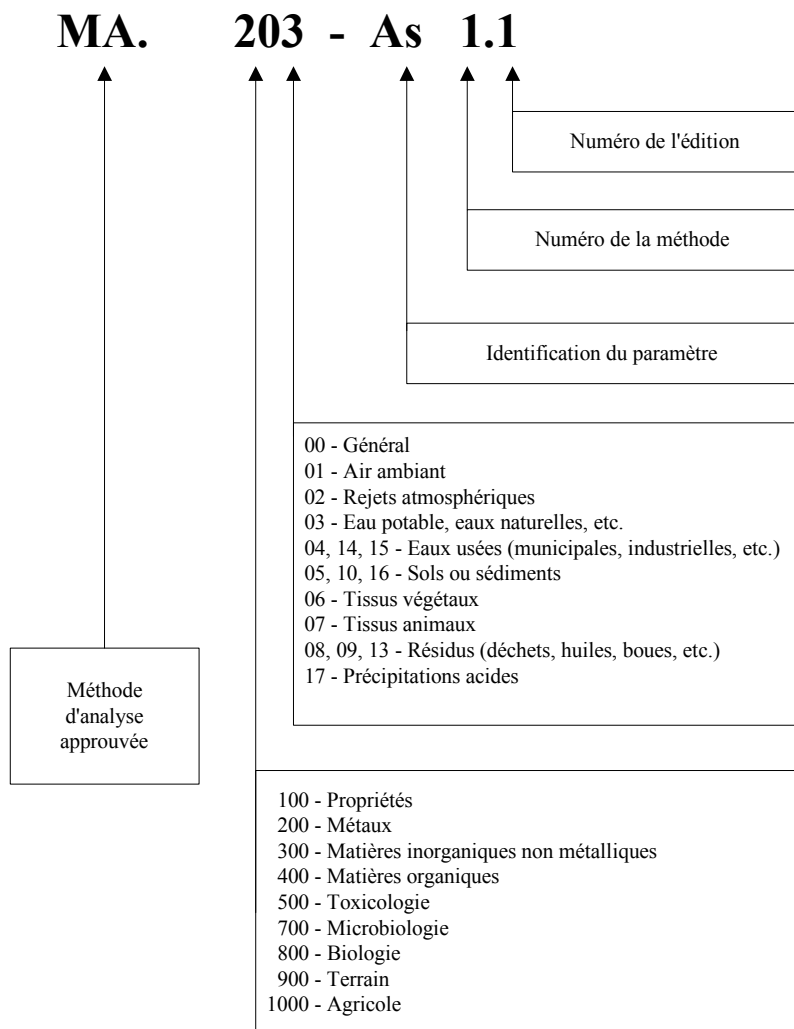


MA. 310 – Sou. 2.0
Édition : 2005-02-07

Méthode d'analyse

Détermination du soufre : méthode par combustion et dosage par spectrophotométrie infrarouge

Exemple de numérotation :



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 par spectrophotométrie infrarouge. MA. 310 – Sou. 2.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2005, 8 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. FIABILITÉ	5
3.1. Interférence	5
3.2. Limites de détection	5
3.3. Limite de quantification	5
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	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1. Préparation des échantillons	7
7.2. Dosage	7
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	8
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	8
10. BIBLIOGRAPHIE	8

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.

Cette méthode est tirée du manuel d'instructions de notre instrument « LECO Corporation, SC-444 et SC-44DR instruction manual » et de la note d'application de LECO Corporation « sulphur and carbon in cement, soils, rock, ceramic and similar materials, January 1993 ».

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination de soufre dans les échantillons solides. Cependant, la présence de soufre dans des échantillons qui ne deviennent pas liquide dans le four à 1 400 °C (ex. alliage) ne peut être mesurée.

Le domaine d'application se situe entre 24 mg/kg et 8 000 mg/kg en poids de soufre. Diverses concentrations d'étalons peuvent être utilisées afin d'augmenter la gamme du domaine d'application.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

L'échantillon est placé dans un bateau. Par la suite, celui-ci est inséré dans une fournaise à haute température en présence d'oxygène afin de dégrader la matière en bioxyde de soufre. Le gaz (SO₂) produit est acheminé vers le détecteur à infrarouge. Un système informatisé calcule et affiche la concentration du soufre total présent dans 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

Aucune interférence connue pour ce type d'analyse.

3.2. LIMITES DE DÉTECTION

La limite de détection est de 24 mg/kg de soufre. La limite de détection rapportée est de 50 mg/kg.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 80 mg/kg de soufre.

3.4. SENSIBILITÉ

Lors de l'étalonnage de l'instrument, la pente de la droite obtenue est d'environ 1.06 % par unité de surface.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures a été de ± 10 mg/kg à une concentration de 190 mg/kg.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures a été de ± 230 mg/kg à une concentration de 5 600 mg/kg.

3.6. JUSTESSE

L'erreur relative pour une série de mesures a été de 6,7 % 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 103 %.

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. Système automatisé pour analyser le 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.

À moins d'indications contraires, les solutions préparées peuvent se conserver indéfiniment à la température ambiante. Cependant, elles doivent être refaites s'il y a un changement de couleur à la solution ou s'il y a formation d'un précipité.

6.1. Oxyde de vanadium, V₂O₅ (CAS n° 1314-62-1)

6.2. Étalon de soufre de 1,53 %

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

Les échantillons peuvent être analysés tel quel ou séchés à 105 °C. Si les échantillons ne sont pas séchés, utiliser une autre portion de l'échantillon pour obtenir le pourcentage d'humidité afin de l'inclure dans le calcul du résultat.

Pour les sols, homogénéiser manuellement et utiliser uniquement la portion inférieure à 2 mm. Pour les autres types d'échantillons solides, broyer, si nécessaire, pour obtenir une fraction égale ou inférieure à environ 2 mm.

7.2. DOSAGE

Les conditions d'utilisation de l'instrument sont :

- Oxygène : 30 lb/po²
- Température du four de l'analyseur à 1400 °C
- Temps d'intégration maximal: 180 secondes

- Calibrer l'instrument en pesant précisément environ 50, 100, 200 et 300 mg d'étalon de soufre (*cf.* 6.2) dans des bateaux de céramique et en ajoutant environ 600 mg d'oxyde de vanadium (*cf.* 6.2).
- Doser un témoin en pesant environ 600 mg d'oxyde de vanadium (*cf.* 6.1).
- Doser les échantillons avec l'analyseur de soufre en ajoutant environ 600 mg d'oxyde de vanadium (*cf.* 6.1) et entre 50 et 300 mg d'échantillon, préalablement homogénéisé, dans un bateau de céramique.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration de soufre dans l'échantillon est donné directement par l'analyseur et est exprimée en mg/kg S sur base sèche si l'échantillon a été séché avant le dosage.

Si le pourcentage d'humidité a été déterminé sur une autre portion de l'échantillon, le pourcentage de soufre est calculé à l'aide de la relation suivante :

$$S = \frac{C \times 100}{(100 - H)}$$

où

- S : concentration de soufre (mg/kg);
- C : concentration de soufre au dosage (mg/kg) ;
- H : pourcentage d'humidité de l'échantillon (%).

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 80 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 24 mg/kg.

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.

LECO CORPORATION, SC-444 and SD-444DR Instruction Manual, 2003.

LECO CORPORATION, Sulfur and carbon in cements, soils, rocks, ceramic and similar materials, Application bulletin Form 203-601-222, January 2003.