

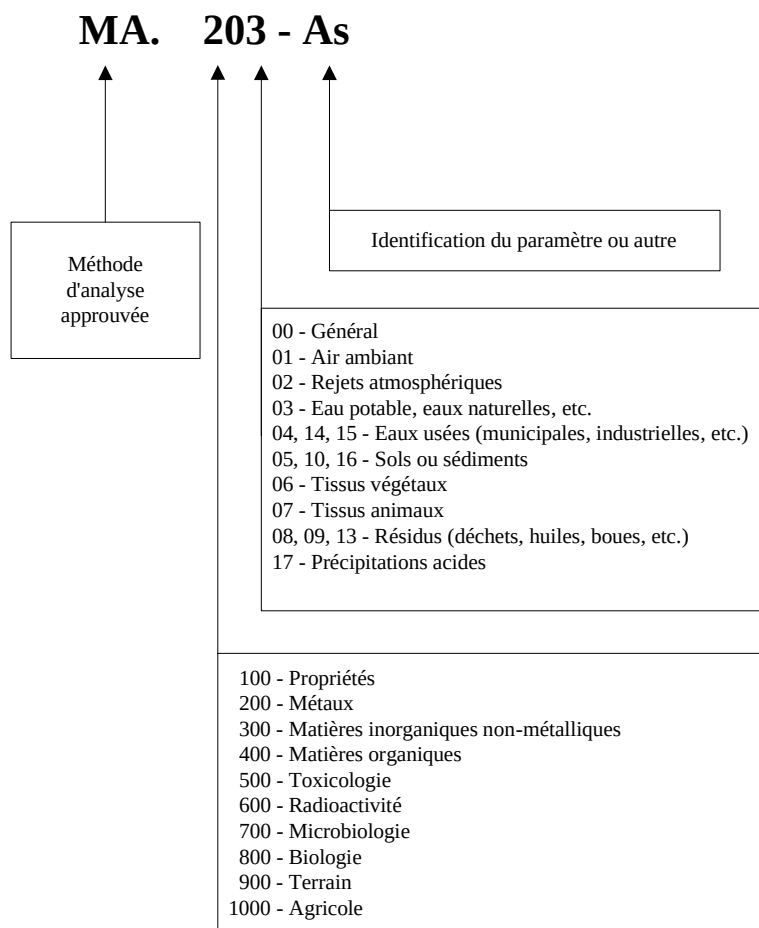
Méthode d'analyse



MA. 405 – C 1.1

Détermination du carbone organique total dans les
solides : dosage par titrage

Comment fonctionne la codification?



Note – Les méthodes publiées avant le 14 janvier 2014 ont deux chiffres à la fin de la codification de la méthode (ex. : MA. 203 – As 3.4). Le premier chiffre désigne le numéro de la méthode (3) et le deuxième chiffre désigne le numéro de l'édition (4).

Référence à citer :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination du carbone organique total dans les solides : dosage par titrage, MA. 405 – C
1.1, Rév. 1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les
changements climatiques, 2014, 9 p.

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
2700, rue Einstein, bureau E.2.220
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301
Télécopieur : 418 528-1091
Courriel : ceaeq@mddefp.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2014

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. INTERFÉRENCE	5
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	5
5. APPAREILLAGE	5
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	6
7.1. Préparation de l'échantillon	7
7.2. Dosage du carbone organique total	7
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	8
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	8
10. BIBLIOGRAPHIE	8

INTRODUCTION

La détermination du carbone organique total (COT) nous permet d'évaluer la quantité de matière organique présente dans des échantillons de sols et de sédiments. La matière organique amplifie grandement la capacité d'échange cationique du sol et retient les nutriments assimilables par les plantes.

Dans le *Guide de valorisation des matières résiduelles inorganiques non dangereuses de source industrielle comme matériau de construction*, une concentration supérieure à 1 % de carbone organique total peut s'avérer problématique dans l'utilisation de cette matière résiduelle.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer le carbone organique **total** dans les échantillons solides.

La limite de détection rapportée est de 0,10 % et le domaine d'application se situe entre 0,10 % et 100 % C.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le carbone organique total dans les solides peut être déterminé par titrage. Pour ce faire, une solution de bichromate de potassium est ajoutée à un échantillon en présence d'acide sulfurique. Après la réaction, le dosage de la quantité de bichromate qui n'a pas réagi avec l'échantillon permet d'établir la concentration de carbone organique total.

3. INTERFÉRENCE

La présence de tout produit réducteur inorganique peut causer une surévaluation de la valeur de carbone organique total.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de verre **exempt de contaminants**.

Aucun agent de préservation n'est ajouté. Conserver l'échantillon **en réfrigérant entre 0 et 6 °C**. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

5. APPAREILLAGE

- 5.1. Balance analytique dont la sensibilité est de 1 mg
- 5.2. Burette
- 5.3. Étuve à **104 °C ± 1 °C**

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** 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, H_2SO_4 (CAS n° 7664-93-9)
- 6.2. Acide phosphorique, H_3PO_4 (CAS n° 7664-38-2)
- 6.3. Bichromate de potassium, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (CAS n° 7778-50-9)
- 6.4. Sulfate ferreux, $\text{FeSO}_4 \bullet 7 \text{H}_2\text{O}$ (CAS n° 7782-63-0)
- 6.5. 1, 10 – phénanthroline monohydraté, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \bullet \text{H}_2\text{O}$ (CAS n° 5144-89-8)
- 6.6. Bichromate de **potassium** 1 N

Peser exactement environ 49,04 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (cf. 6.3) préalablement séché à 105 °C pendant 2 heures, et dissoudre dans environ 700 ml d'eau. Agiter et compléter à 1 litre avec de l'eau.

- 6.7. Solution indicatrice de ferroïne

Peser exactement environ 1,485 g de 1, 10 – phénanthroline monohydraté (cf. 6.5) et 0,695 g de $\text{FeSO}_4 \bullet 7 \text{H}_2\text{O}$ (cf. 6.4) et dissoudre dans environ 70 ml d'eau. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

- 6.8. Sulfate ferreux 0,5 N

Peser exactement environ 70,0 g de $\text{FeSO}_4 \bullet 7 \text{H}_2\text{O}$ (cf. 6.4) et dissoudre dans environ 350 ml d'eau. Ajouter 20 ml de H_2SO_4 (cf. 6.1) et compléter à 500 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an à la température ambiante.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (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 homogénéisé manuellement. **L'échantillon ne doit pas être séché à 104 °C afin d'éviter de perdre de la matière organique volatile.** Déterminer le pourcentage d'humidité sur une autre portion de l'échantillon. Utiliser uniquement la portion inférieure à 2 mm pour l'analyse.

7.2. DOSAGE DU CARBONE ORGANIQUE TOTAL

- Peser une portion de solide entre 0,25 g et 1,0 g de sol dans une fiole conique de 250 ou 300 ml et y ajouter 10 ml de bichromate de potassium 1 N (cf. 6.6). Mettre un barreau aimanté dans la fiole.
- Ajouter 20 ml d'acide sulfurique concentré (cf. 6.1) et placer un verre de montre sur la fiole conique.

Note – Ajouter l'acide sulfurique lentement, car il peut y avoir projection.

- Agiter vigoureusement pendant 1 minute et laisser reposer pendant 30 minutes.
- Rincer le verre de montre et ajouter 150 à 200 ml d'eau déminéralisée, 10 ml d'acide phosphorique concentré (cf. 6.2) et 10 à 15 gouttes de la solution indicatrice de ferroïne (cf. 6.7).

Note – Le point de virage sera plus net avec l'addition de 500 ml d'eau au lieu de 150 à 200 ml; l'utilisation de fiole conique de 500 ml peut être faite en doublant la quantité d'eau ajoutée en autant que le témoin et tous les échantillons soient faits de la même façon.

- Titrer l'excès de bichromate de potassium avec la solution de sulfate ferreux 0,5 N (cf. 6.8); lors de l'apparition de la coloration turquoise, titrer lentement jusqu'à la coloration finale brune. Noter le volume utilisé.

Préparation d'un témoin :

- Introduire dans un erlenmeyer un barreau aimanté, 10 ml de bichromate de potassium 1 N (cf. 6.6) et 20 ml d'acide sulfurique (cf. 6.1). Couvrir d'un verre de montre puis agiter vigoureusement pendant une minute avant de poursuivre la procédure décrite aux paragraphes précédents.

Note – Si le titrage prend moins que 4 ml de sulfate ferreux 0,5 N (i.e. plus de 80 % de dichromate est réduit), il faut reprendre l'analyse avec un poids moindre d'échantillon. Si le volume de titrant est proche du témoin, prendre une quantité plus importante de sol jusqu'à un maximum d'environ 1,0 gramme. Il est à noter que si le point de virage est dépassé, ajouter 0,5 ml de la solution de dichromate de potassium et poursuivre le titrage (le volume de bichromate est alors de 10,5 ml).

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont exprimés en % C. En considérant les concentrations de sulfate ferreux et du bichromate de potassium, chaque ml de bichromate de potassium qui réagit correspond à 4 mg de C.

Le pourcentage de carbone dans l'échantillon exprimé en % C est déterminé comme suit :

$$C = \frac{(A - B) \times 10 \times 0,004 \times 100}{P \times A}$$

où

- C : concentration de carbone organique (% C);
- A : volume de sulfate ferreux utilisé pour le témoin (ml);
- B : volume de sulfate ferreux utilisé pour l'échantillon (ml);
- 10 : volume de bichromate ajouté initialement;
- 0,004 : nombre de g de C par ml de bichromate;
- P : poids de l'échantillon titré exprimé sur base sèche (g);
- 100 : facteur pour obtenir un pourcentage.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont définis dans le document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

- Aucun critère n'existe pour le blanc puisqu'il est utilisé comme témoin.
- En ce qui concerne les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les résultats doivent se situer dans l'intervalle défini par le responsable désigné.
- Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicatas ou de répliquats ne doivent pas différer de plus de 20 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
- Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement de 70 à 130 %.

10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante.
[<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]

CONSEIL DES PRODUCTIONS VÉGÉTALES DU QUÉBEC. *Détermination du carbone organique (Walkley-Black modifiée)*, Agdex 533, Méthode MA-1, juin 1988, 1 p.