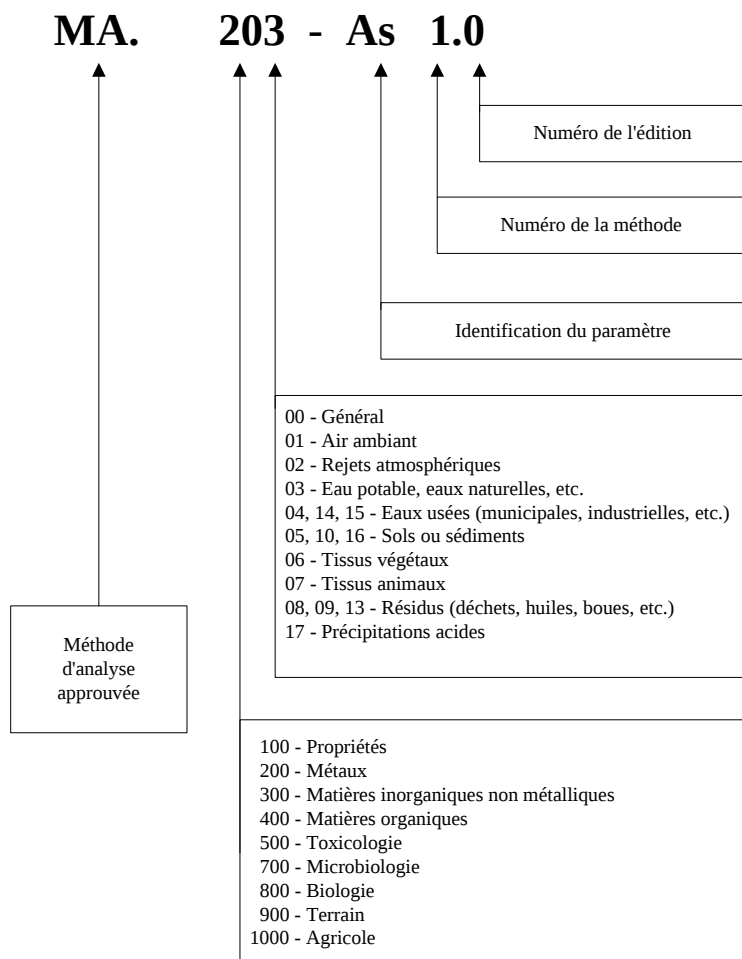


**Centre d'expertise
en analyse environnementale
du Québec**

MA. 304 – T.L. 1.0
Édition : 2003-06-06
Révision : 2006-09-26 (3)

Méthode d'analyse
Détermination des tannins et lignines :
méthode colorimétrique

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est identifiée par l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. L'indice peut également être augmenté si une révision entraîne des modifications en profondeur. La date de révision d'une méthode est suivie d'un chiffre indiquant la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination des tannins et lignines : méthode colorimétrique, MA. 304 – T.L. 1.0,
Rév. 3, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du
Québec, 2006, 29 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. Limite 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	8
7.1. Préparation de l'échantillon	8
7.2. Dosage	8
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	9
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	9
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	9
10. BIBLIOGRAPHIE	10

INTRODUCTION

Les tannins et les lignines sont des constituants de la matière végétale. La principale source de rejet de lignine dans l'environnement sont les usines de pâtes et papiers, tandis que le tannin provient de la dégradation de la matière végétale et des rejets de tanneries.

Les tannins et lignines présents dans l'eau potable produisent une couleur jaune brun inesthétique.

Cette méthode est basée sur la méthode 5550B « Colorimetric Method » de « Standard Method for the evaluation of water and wastewater ».

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer les tannins et les lignines dans les effluents aqueux.

Le domaine d'application se situe entre 0,1 mg/l et 10 mg/l tannins-lignines.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

La détermination des tannins et des lignines s'effectue à l'aide d'un dosage colorimétrique.

Les tannins et les lignines réduisent les acides tungstophosphoriques et molybdophosphoriques et forment un complexe bleu dont l'absorbance à 700 nm est proportionnelle à la concentration des tannins-lignines présents 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

Toutes les substances réductrices introduisent une interférence positive.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 0,09 mg/l de tannins-lignines. Sur les certificats d'analyse, la limite de détection rapportée est de 0,1 mg/l.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 0,29 mg/l de tannins-lignines.

3.4. SENSIBILITÉ

Pour une solution étalon de 1,0 mg/l, l'absorbance obtenue est d'environ 0,093.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures a été de $\pm 0,03$ mg/l à une concentration de 1,27 mg/l.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures a été de $\pm 0,04$ mg/l à une concentration de 2,04 mg/l.

3.6. JUSTESSE

Lors d'essais ($n = 10$) à une concentration de 2,1 mg/l, l'erreur relative a été de 2,8 % (justesse de 97,2 %).

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, le pourcentage de récupération des tannins et lignines a été de 94 %.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre.

Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 7 jours.

5. **APPAREILLAGE**

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

5.1. Spectrophotomètre visible

5.2. Tubes jetables de 16 × 125 mm

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 si un changement de couleur est noté ou s'il y a formation de précipité.

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2. Acide phosphorique, H₃PO₄ (CAS n° 7664-38-2)
- 6.3. Tungstate de sodium, Na₂WO₄·2 H₂O (CAS n° 10213-10-2)
- 6.4. Molybdate de sodium, Na₂MoO₄·2 H₂O (CAS n° 10102-40-6)
- 6.5. Sulfate de lithium, Li₂SO₄· H₂O (CAS n° 10102-25-7)
- 6.6. Brome, Br₂ (CAS n° 7726-95-6)
- 6.7. Carbonate de sodium, Na₂CO₃ (CAS n° 497-19-8)
- 6.8. Tartrate de sodium (CAS n° 868-18-8)
- 6.9. Acide tannique (CAS n° 1401-55-4)
- 6.10. Réactif tannin-lignine

Dans un ballon de 2 litres à fond plat, ajouter 100 g de Na₂WO₄·2 H₂O (*cf.* 6.3) et 25 g de Na₂MoO₄·2 H₂O (*cf.* 6.4) dans environ 700 ml d'eau. Ajouter lentement 50 ml de H₃PO₄ (*cf.* 6.2) et 100 ml de HCl (*cf.* 6.1) en laissant refroidir après chaque addition. Placer le ballon dans une mante chauffante, installer le réfrigérant et faire bouillir le mélange à reflux pendant 10 heures.

Enlever le réfrigérant, laisser refroidir et ajouter 150 g de Li₂SO₄· H₂O (*cf.* 6.5), 50 ml d'eau et quelques gouttes de brome (*cf.* 6.6). Faire bouillir le mélange pendant 15 minutes afin d'enlever l'excès de brome. Laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Filtrer et transférer dans une bouteille brune à la température ambiante.

Cette solution se conserve à 4 °C. Refaire le réactif s'il y a formation d'un précipité ou s'il devient verdâtre.

- 6.11. Réactif carbonate-tartrate

Dissoudre 40 g de Na₂CO₃ (*cf.* 6.7) et 2,4 g de tartrate de sodium (*cf.* 6.8) dans environ 150 ml d'eau chaude. Agiter, laisser refroidir et compléter à 200 ml avec de l'eau.

6.12. Solution étalon de tannins de 1 000 mg/l tannins

Dissoudre 1,00 g d'acide tannique (cf. 6.9) dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an à 4 °C.

6.13. Solution étalon de tannins de 100 mg/l tannins

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution étalon de tannins de 1 000 mg/l tannins (cf. 6.12) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an à 4 °C.

6.14. Solutions étalons de tannins de 0, 0,2, 0,5, 1,0, 3,0 et 5,0 mg/l tannins

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes 0, 0,2, 0,5, 1, 3 et 5 ml de la solution étalon de tannins de 100 mg/l tannins (cf. 6.13) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions se conservent 1 semaine.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

7.1. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Les solutions étalons et les échantillons sont traités de la même façon.

- Homogénéiser l'échantillon.
- Prélever à l'aide d'une pipette 10 ml d'échantillon et l'introduire dans une éprouvette.
- Ajouter rapidement 0,2 ml du réactif de tannin-lignine (cf. 6.10) et 2 ml du réactif carbonate-tartrate (cf. 6.11). Visser le bouchon, agiter et attendre 30 minutes avant de procéder aux lectures de transmittance.

L'échantillon doit être à la température ambiante avant l'ajout du réactif tannin-lignine.

7.2. DOSAGE

- Ajuster la longueur d'onde du spectrophotomètre à 700 nm.
- Essuyer l'extérieur des éprouvettes avant de faire les lectures de transmittance.
- Ajuster le 100 % de transmittance avec la solution témoin. Tourner le tube de façon à obtenir la transmittance maximale.

- Noter la lecture de transmittance des solutions étalons et des échantillons. Tourner le tube de façon à obtenir la transmittance maximale.
- Si l'échantillon est turbide ou coloré, faire un témoin d'échantillon constitué de 10 ml d'échantillon auquel est ajouté 2 ml du réactif carbonate-tartrate (cf. 6.11).

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 des tannins-lignines.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats d'analyse sont obtenus à l'aide d'un système informatisé de traitement de données qui convertit les mesures de transmittance en absorbance. Une courbe d'étalonnage est tracée à partir des mesures d'absorbances et de la concentration des solutions étalons.

La concentration de tannins-lignines est exprimée en mg/l de tannins-lignines selon l'équation suivante:

$$C = (A - B) \times F$$

où

- C : concentration des tannins et lignines dans l'échantillon (mg/l);
- A : concentration des tannins et lignines dans la solution dosée (mg/l);
- B : concentration des tannins et lignines du témoin d'échantillon (mg/l);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont définis au document DR-12-VMC 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 répliqués ne doivent pas varier de plus de 0,3 mg/l si la concentration 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.

Le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à la solution étalon ayant la concentration la plus faible.

Le pourcentage de récupération des ajouts dosés doit être entre 70 % et 130 %.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, American Water Works Association and Water Pollution Control Federation, Standard Methods for the Examination of water and wastewater, 21th Edition, 2005.

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.

Santé et Bien-être social Canada, Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada, Ottawa, 1978.