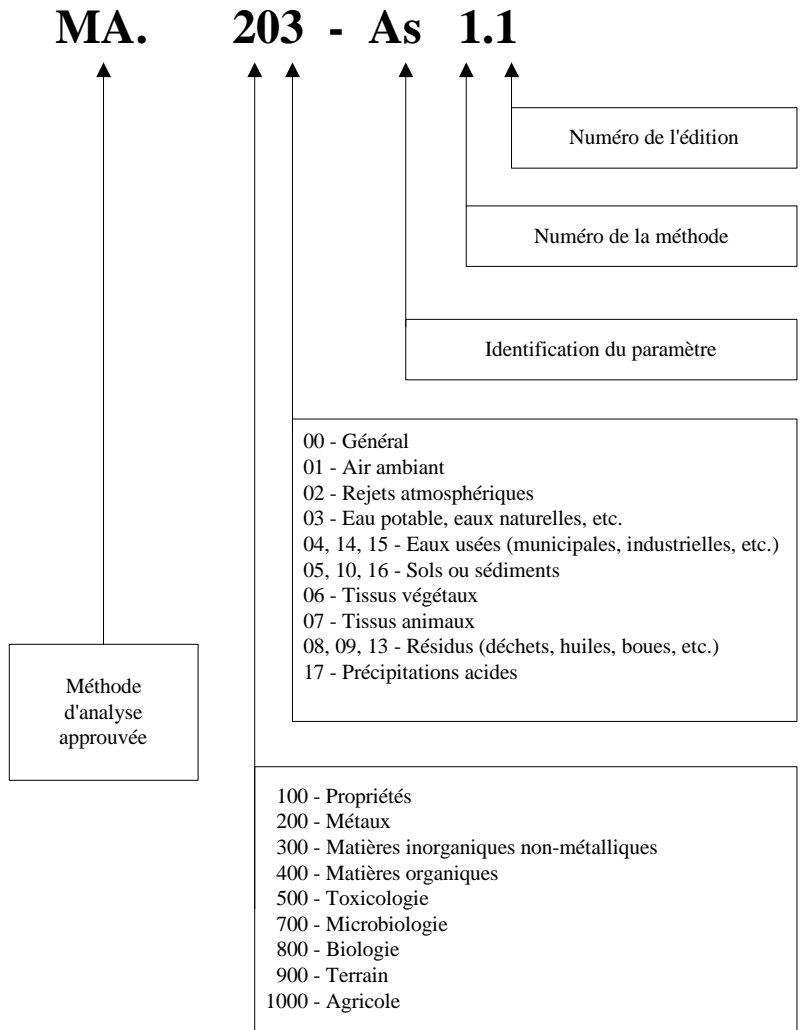


MA. 205 – pH 1.0
Édition : 2003-12-11

Méthode d'analyse
Détermination du pH à l'eau et du pH tampon
dans les sols agricoles : méthode électrométrique

Exemple de numérotation :



ÉDITION APPROUVÉE LE : 11 décembre 2003

Historique de la méthode

Ce document constitue la première édition de la méthode et remplace la méthode MENVIQ 88.01/110-pH 1.1.

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 pH à l'eau et du pH tampon dans les sols agricoles : méthode électrométrique, MA. 205 – pH 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 13 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. FIABILITÉ	7
3.1. Interférences	7
3.2. Limite de détection	7
3.3. Limite de quantification	7
3.4. Sensibilité	8
3.5. Fidélité	8
3.6. Justesse	8
3.7. Pourcentage de récupération	8
4. PRÉLEVEMENT ET CONSERVATION	9
5. APPAREILLAGE	9
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	9
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	11
7.1. Préparation du matériel	11
7.2. Étalonnage du pH-mètre	11
7.3. Préparation des échantillons	11
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	12
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	12
10. BIBLIOGRAPHIE	12

INTRODUCTION

Le pH représente la concentration des ions hydrogènes dans une solution. Cette mesure est importante, car le pH régit un grand nombre d'équilibres physico-chimiques. Dans un sol peu soumis à l'activité humaine, le pH dépend de la nature géologique du milieu. Un pH acide favorisera la migration des ions métalliques lors du lessivage du sol par les eaux de pluie et les eaux de surface.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est utilisée pour la détermination du pH à l'eau et du pH tampon dans les sols agricoles.

Le domaine d'application se situe entre 1,5 et 13 unités de pH.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le pH se définit comme le logarithme négatif de la concentration de l'ion hydrogène.

$$pH = -\log_{10} a_{H^+}$$

Le pH d'un sol (rapport solide/liquide 1/10) est mesuré à l'aide d'une électrode de verre dont le potentiel varie en fonction de la concentration de l'ion hydrogène suivant l'équation de Nernst. Ce potentiel est mesuré par rapport à une électrode de référence à l'aide d'un potentiomètre à haute impédance, communément appelé pH-mètre.

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. INTERFÉRENCES

Les fortes concentrations de sodium interfèrent à un pH supérieur à 10.

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. Répliquabilité

pH-eau

La répliquabilité sur une série de mesure (n = 10) pour le pH à l'eau a été de $\pm 0,02$ pour un pH à l'eau moyen de 6,22.

pH-tampon

La répliquabilité pour le pH tampon a été de $\pm 0,03$ à un pH tampon moyen de 7,23.

3.5.2. Répétabilité

pH-eau

La répétabilité d'une série de mesures (n = 10) a été de $\pm 0,03$ à un pH à l'eau moyen de 6,17.

pH-tampon

La répétabilité d'une série de mesures (n = 10) a été de $\pm 0,05$ à un pH tampon moyen de 7,15.

3.6. JUSTESSE¹

pH-eau

La justesse sur une série de mesures (n = 6) a été de 98 % pour une valeur de pH à l'eau attendue de 6,19.

pH-tampon

La justesse sur une série de mesures (n = 6) a été de 97 % pour une valeur de pH tampon attendue de 7,33.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Sans objet.

¹ Le matériau de référence utilisé ne permettait que l'analyse de six replica.

4. PRÉLEVEMENT ET CONSERVATION

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

Aucun agent de préservation n'est requis et il est recommandé d'effectuer l'analyse dans les plus brefs délais.

5. APPAREILLAGE

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

- 5.1. pH-mètre
- 5.2. Électrode de référence
- 5.3. Électrode de verre
- 5.4. Agitateur et barre magnétique

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

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

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

- 6.1. Solutions tampon à pH 4,0
- 6.2. Solution tampon à pH 7,0
- 6.3. Solution tampon à pH 10,0
- 6.4. Paranitrophénol, $C_6H_5NO_3$, (CAS n° 100-02-7)
- 6.5. Chromate de potassium, K_2CrO_4 , (CAS n° 7789-00-6)
- 6.6. Chlorure de calcium dihydraté, $CaCl_2 \cdot 2H_2O$, (CAS n° 10034-04-8)
- 6.7. Acétate de calcium, $C_4H_6CaO_4$, (CAS n° 5743-26-0)
- 6.8. Triéthanolamine, $C_6H_{15}NO_3$, (CAS n° 102-71-6)
- 6.9. Hydroxyde de sodium, NaOH, (CAS n° 1310-73-2)
- 6.10. Acide chlorydrique de qualité A.C.S., HCl
- 6.11. Solution de HCl 10 N commerciale

6.12. Solution de NaOH 10 % (P/V)

Dans une fiole volumétrique de 100 ml contenant environ 60 ml d'eau, dissoudre 100 g de pastilles de NaOH (*cf.* 6.9), bien agiter et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.13. Solution de HCl 10 %

Dans une fiole volumétrique de 100 ml contenant 60 ml d'eau, introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de HCl concentré (*cf.* 6.10) et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.14. Solution de HCl 1,0 N commerciale

6.15. Solution de HCl 0,1 N

Dans une fiole volumétrique de 100 ml contenant 60 ml d'eau, diluer 10 ml d'une solution commerciale de HCl 1,0 N (*cf.* 6.14) et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.16. Solution tampon SMP – Partie 1

Dans un contenant de 2,0 litres contenant 0,9 litres d'eau, dissoudre 3,24 g de paranitrophénol (*cf.* 6.4), 5,40 g de chromate de potassium (*cf.* 6.5) et 95,58 g de chlorure de calcium dihydraté (*cf.* 6.6). Cette solution se conserve 1 semaine.

6.17. Solution tampon SMP – Partie 2

Dissoudre 3,60 g d'acétate de calcium (*cf.* 6.7) dans un volume d'eau de 0,5 litres. Cette solution se conserve 1 semaine.

6.18. Solution tampon SMP de travail

- Mélanger la solution tampon SMP – Partie 1 (*cf.* 6.16) et la solution tampon SMP – Partie 2 (*cf.* 6.17). Ajouter 4,5 ml de triéthanolamine (*cf.* 6.8), agiter et laisser reposer pendant 8 heures.
- Compléter le volume à 1,8 litres avec de l'eau.
- Ajuster le pH à 7,5 avec du NaOH 10 % (*cf.* 6.12) ou du HCl 10 % (*cf.* 6.13), puis filtrer si nécessaire.
- Vérifier le pouvoir tampon SMP en titrant 20 ml du tampon avec du HCl 0,1 N (*cf.* 6.15). Le pouvoir devrait être $0,280 + 0,005$ meq pour baisser le pH d'une unité de pH (de 7,5 à 6,5).

Le délai de conservation est de 4 mois. Conserver dans un contenant de plastique à l'abri de la lumière.

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 DU MATÉRIEL

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse. Le matériel utilisé pour les solutions étalons est nettoyé selon la procédure interne de lavage « DR-09-01-SCS-03 ».

7.2. ÉTALONNAGE DU PH-MÈTRE

Vérifier l'état de l'électrode et dégager l'orifice de l'électrode.

- L'étalonnage du pH-mètre s'effectue avec une solution tampon pH 7,0 (cf. 6.2) et la pente est ajustée avec une solution pH 4,0 (cf. 6.1) ou pH 10,0 (cf. 6.3).

7.3. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

- Les échantillons doivent être à la même température que les tampons qui servent à l'étalonnage.
- Tamiser les échantillons de sols humides sur un tamis de 2 mm et analyser la fraction passant le tamis.

7.3.1. Mesure du pH à l'eau

- Mesurer 10 g de sol tamisé à 2 mm.

Note – Les sols organiques doivent être à l'humidité du champ.

- Ajouter 10 ml d'eau.
- Laisser reposer 30 minutes en prenant soin d'agiter 5 à 6 fois au cours de cette période.
- Agiter et plonger l'électrode dans le mélange sol : eau et prendre la lecture après stabilisation du pH.
- Conserver, s'il y a lieu, pour l'analyse du pH tampon.

7.3.2. Mesure du pH tampon

- Pour les mélanges sol : eau dont le pH à l'eau est inférieur à 6,3 (sols minéraux), ou inférieur à 5,2 (sols organiques), ajouter 20 ml de solution tampon SMP de travail (*cf.* 6.18) et bien mélanger avec une tige de verre.
- Agiter et laisser reposer 15 minutes.
- Mesurer le pH du mélange sol : eau.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont exprimés en unités de pH et sont lus directement sur le cadran du pH-mètre ou sur l'imprimante à 0,01 unité. Pour les échantillons solides, il est nécessaire de préciser le rapport sol : eau utilisé.

Pour effectuer l'interprétation des résultats de pH tampon, il est possible de référer au tableau de la méthode pH-2 (AGDEX 533) du recueil du Conseil des productions végétales du Québec afin de déterminer le besoin en chaux du sol.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

L'étalonnage est accepté si la concentration des échantillons de contrôle de l'étalonnage se situe entre les valeurs de référence définies par le responsable désigné et inscrites sur les feuilles de travail ou tout autre document de référence pertinent.

Les résultats des duplicata et des replica ne doivent pas différer de plus de 0,3 unité de pH par rapport à la valeur moyenne si celle-ci est supérieure à 12 ou inférieure à 2, et de 0,2 unité de pH dans les autres cas.

Les résultats des échantillons de contrôle insérés dans les routines d'analyse sont acceptés par le système de gestion des analyses lorsqu'ils sont compris à l'intérieur de l'écart attendu.

Les chimistes peuvent valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

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.

CONSEIL DES PRODUCTIONS VÉGÉTALES DU QUÉBEC, Détermination des minéraux et oligo-éléments par la méthode Mehlich, Agdex 533, juin 1999.