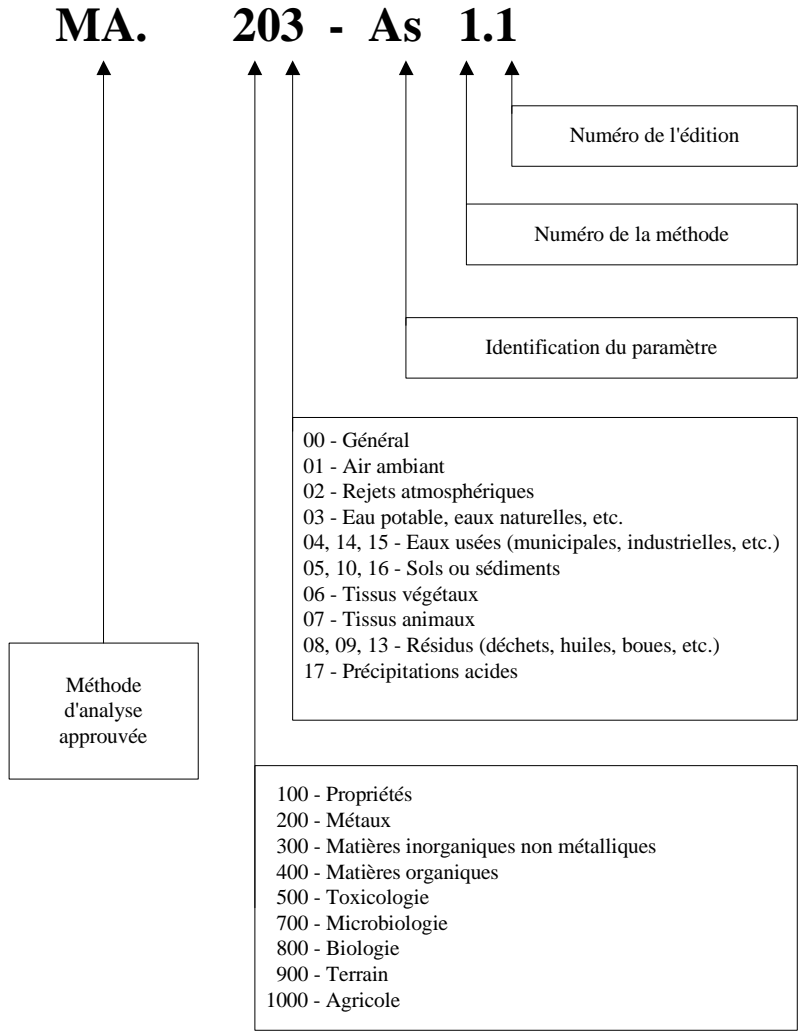


MA. 415 – COT 1.0
Édition : 1999-03-02
Révision : 2003-10-06 (2)

Méthode d'analyse

Détermination du carbone organique dans les effluents : oxydation par persulfate et rayons UV – dosage par spectrophotométrie infrarouge

Exemple de numérotation :



ÉDITION APPROUVÉE LE : 2 mars 1999

Historique de la méthode

Cette méthode a été écrite pour la détermination du carbone organique dans les effluents industriels. Elle est basée sur la méthode 5310 C « Persulfate-Ultraviolet or Heated-Persulfate oxidation method » de Standard Method for the Examination of Water and Wastewater.

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 carbone organique dans les effluents : oxydation par persulfate et rayons UV – dosage par spectrophotométrie infrarouge. MA. 415 – COT 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 11 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 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. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	8
5. APPAREILLAGE	8
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	8
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	10
7.1 Préparation de l'échantillon	10
7.2 Dosage	10
7.3 Préparation spéciale de la verrerie	10
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	10
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	11
10. BIBLIOGRAPHIE	11

INTRODUCTION

Le carbone organique provient des substances végétales en décomposition ainsi que des effluents municipaux et industriels.

La mesure du carbone organique permet de suivre l'évolution de la charge organique d'un cours d'eau et de faciliter la surveillance d'un procédé de traitement d'eau.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination du carbone organique dans les échantillons aqueux.

Le domaine d'étalonnage se situe entre 0,1 mg/l et 100 000 mg/l C.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

L'échantillon est mélangé avec du persulfate de sodium et de l'oxygène pur (gaz vecteur), et est dirigé vers une chambre à réaction où il est irradié aux ultraviolets afin de dégrader la matière organique en bioxyde de carbone. Le gaz carbonique (CO₂) produit est acheminé vers le détecteur à infrarouge. Le détecteur est ajusté à la longueur d'absorption du CO₂ dans l'infrarouge. Un système informatisé calcule et affiche la concentration du carbone organique 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

Les particules contenues dans l'échantillon peuvent provoquer une sous-estimation du carbone organique total si le persulfate et le rayonnement UV utilisés est insuffisant pour dégrader la matière organique contenue dans les particules.

3.2 LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 0,18 mg/l C. D'une façon pratique, la limite de détection rapportée est de 0,20 mg/l C.

3.3 LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 0,61 mg/l C.

3.4 SENSIBILITÉ

Sans objet.

3.5 FIDÉLITÉ

3.5.1 Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesure a été de $\pm 0,08$ mg/l C pour une concentration de 5,59 mg/l C.

3.5.2 Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesure a été de 2 mg/l C pour une concentration de 24 mg/l C.

3.6 JUSTESSE

L'erreur relative d'une série de mesures a été de $-3,6$ % à une concentration de 23 mg/l C.

3.7 POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, le pourcentage de récupération du carbone organique total a été de 84 %.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

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

Conserver à environ 4 °C. Pour le carbone organique total, acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ par l'ajout d'une solution de H_2SO_4 9,0 N. Pour le carbone organique dissous, filtrer l'échantillon le plus rapidement possible et acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ par l'ajout d'une solution de H_2SO_4 9,0 N. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

5. **APPAREILLAGE**

5.1. Analyseur de carbone

6. **RÉACTIFS ET ÉTALONS**

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

L'eau utilisée est de l'eau distillée ou déminéralisée.

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. Persulfate de sodium, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (CAS n° 7775-27-1)

6.4. Biphthalate de potassium, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (CAS n° 877-24-7)

6.5. Solution d'acide sulfurique 9,0 N

Diluer 250 ml de H_2SO_4 (cf. 6.1) dans environ 500 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.6. Solution de persulfate de sodium 1,5 N

Utiliser une solution commerciale ou la préparer comme suit : dissoudre 357 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (cf. 6.3) dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.7. Solution d'acide phosphorique 0,1 M

Diluer 118 ml de H_3PO_4 (cf. 6.2) dans environ 600 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.8. Solution étalon de carbone de 1 000 mg/l C

Dissoudre 2,125 g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (cf. 6.4), préalablement séché pendant 4 heures à 105 °C, dans environ 80 ml d'eau et ajouter 0,5 ml de la solution de H_2SO_4 9,0 N (cf. 6.5). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois mois.

6.9. Solution étalon de carbone de 100 mg/l C

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution étalon de carbone de 1 000 mg/l C (cf. 6.8) dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 24 heures.

6.10. Solution étalon de carbone de 10 mg/l C

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution étalon de carbone de 100 mg/l C (cf. 6.9) dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 24 heures.

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 DE L'ÉCHANTILLON

Pour le dosage du carbone organique dissous, filtrer l'échantillon avec une membrane de 0,45 µm avant d'acidifier l'échantillon.

7.2 DOSAGE

- Doser le carbone organique avec un analyseur de carbone.
- Utiliser la solution étalon de 100 mg/l C pour standardiser l'instrument.
- Analyser les échantillons.
- Si les résultats sont inférieurs à 10 mg/l C, refaire une standardisation de l'instrument en utilisant la solution étalon de 10 mg/l C.

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 carbone organique.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats d'analyse sont obtenus à l'aide d'un système informatisé de traitement de données.

$$C = \left\{ A - \left[\left(\frac{E - A}{E} \right) \times B \right] \right\} \times F$$

Les résultats sont exprimés en mg/l de carbone organique total en tenant compte, s'il y a lieu, du facteur de dilution.

où

- C : concentration du carbone organique total contenu dans l'échantillon (mg/l C);
- A : concentration du carbone organique total contenu dans la solution dosée (mg/l C);
- F : facteur de dilution si nécessaire;

E : concentration maximale de l'échelle utilisée (mg/l C);
B : valeur obtenue avec l'eau distillée (blanc) (mg/l /C).

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 3 mg/l C si la concentration de carbone organique est inférieure à 10 fois la limite de quantification de la méthode et de 20 % si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

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

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

Les résultats des étalons de vérification ne doivent pas varier de plus de 15 %.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Edition, 1998.

ASTRO MODEL 2001 SYSTEM II, Computer Controlled Multi-Method Automated, Laboratory Total Organic Carbon Analyser Operations Manual, revised: March, 1990.

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.