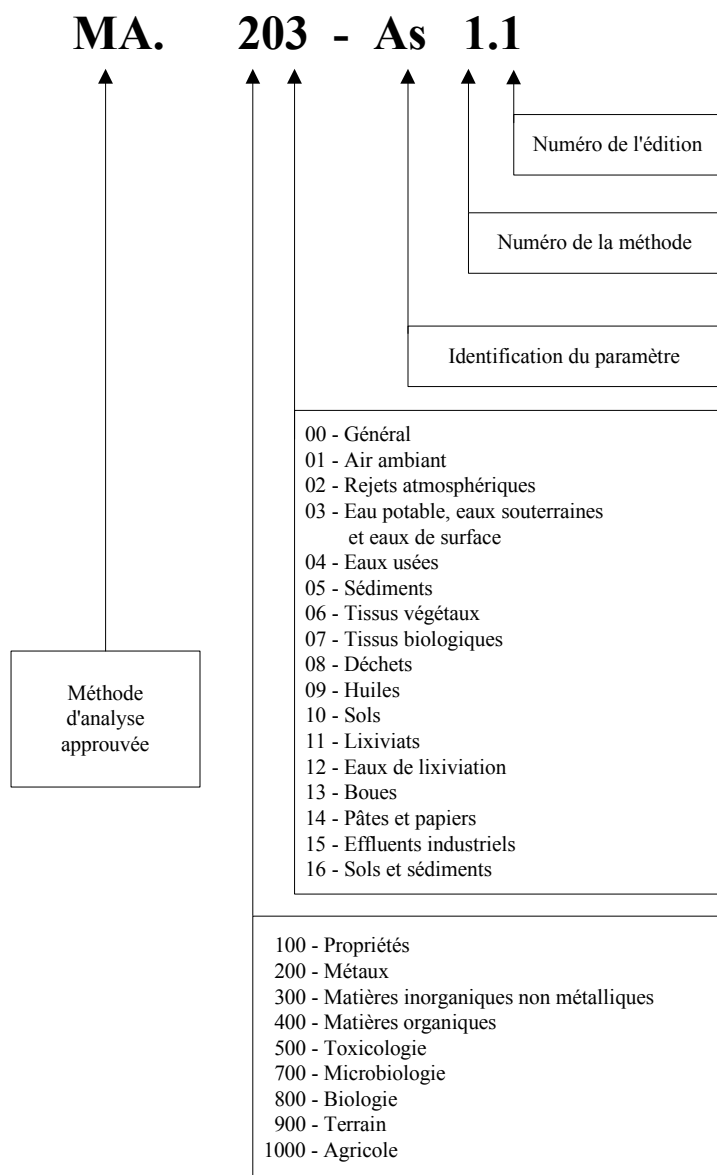


**Centre d'expertise
en analyse environnementale
du Québec**

MA. 410 – C 2.0
Édition : 2005-02-07

Méthode d'analyse
Détermination du carbone dans les solides :
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 carbone dans les solides; Dosage par spectrophotométrie infrarouge.
MA. 410 – C 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. Limite de détection	5
3.3. Limite de quantification	5
3.4. Sensibilité	6
3.5. Fidélité	6
3.6. Justesse	6
3.7. Récupération	6
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1. Préparation de l'échantillon	7
7.2. Dosage du carbone total	7
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	7
9. LIMITES D'ACCEPTABILITÉ DU CONTRÔLE DE LA QUALITÉ	8
10. BIBLIOGRAPHIE	8

INTRODUCTION

Le carbone est un élément que l'on retrouve fréquemment. Il existe trois formes du carbone dans l'environnement : le carbone inorganique comprenant les carbonates et les bicarbonates, le carbone organique présent dans les molécules organiques et le carbone élémentaire ou graphitique.

La méthode pour le carbone total est tirée du manuel d'instruction de notre instrument « LECO Corporation, SC-444 and 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 du carbone total dans les échantillons solides. Cependant, la présence de carbone 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 0,2 % et 100 % C.

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 organique en bioxyde de carbone. Le gaz carbonique (CO₂) produit est acheminé vers le détecteur à infrarouge. Un système informatisé calcule et affiche la concentration du carbone 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. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection pour le carbone total est de 0,07 %.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification pour le carbone total est de 0,24 % mg/kg.

3.4. SENSIBILITÉ

Lors de l'étalonnage de l'instrument, la pente de la droite obtenue est d'environ 1,25 % par unité de surface.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Réplicabilité

La réplicabilité d'une série de mesures a été de $\pm 0,02$ % pour un carbone total de 0,56 %.

3.5.2. Répétabilité

La réplicabilité d'une série de mesures a été de $\pm 0,9$ % pour un carbone total de 25,5 %.

3.6. JUSTESSE

Lors d'essais, l'erreur relative a été de 8,6 % pour une concentration de carbone total de 5,4 %.

3.7. RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, la récupération du carbone total a été de 102 %.

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 six mois.

5. **APPAREILLAGE**

5.1 Un système automatisé pour le dosage du 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.

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. Étalon de carbonate de sodium, Na₂CO₃ (LECO n° 501-034)

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

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

L'échantillon est homogénéisé manuellement. **L'échantillon ne doit pas être séché à 105 °C afin d'éviter de perdre de la matière organique volatile.** Déterminer le pourcentage de perte à 105 °C sur une autre portion de l'échantillon.

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

7.2. DOSAGE DU CARBONE TOTAL

Les conditions d'utilisation de l'instrument sont :

- Oxygène : 30 lb/po²
- Température du four de l'analyseur à 1 400 °C
- Temps d'intégration maximal : 180 secondes

- Calibrer l'instrument en pesant précisément environ 50, 100, 200 et 300 mg d'étalon de carbonate de sodium (*cf.* 6.1) dans des bateaux de céramique.

- Doser les échantillons avec l'analyseur de carbone en plaçant entre 50 et 300 mg d'échantillon dans un bateau de céramique.

Note : Si le soufre est dosé simultanément, ajouter 600 mg d'oxyde de vanadium (*cf.* 6.2) avant de peser l'échantillon.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

Les résultats sont exprimés en pourcentage de carbone exprimé sur base sèche.

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

où

- C : concentration de carbone exprimée sur base sèche (%);
- C_h : concentration de carbone exprimé sur base humide (%);
- H : Pourcentage d'humidité de l'échantillon (%).

9. LIMITES D'ACCEPTABILITÉ DU CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01. Les critères d'acceptabilité 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 1 % en valeur absolue si la concentration du carbone total est inférieure à 10 fois la limite de quantification de la méthode et 20 % d'écart en valeur relative si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 70 % et 130 %.

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

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