

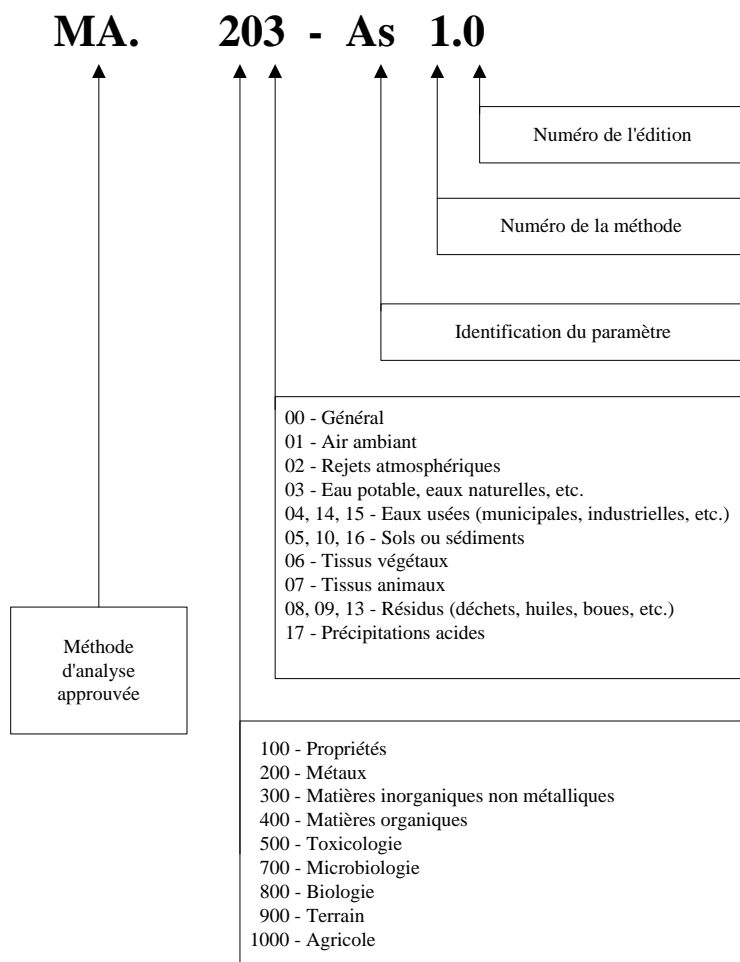
Méthode d'analyse



MA. 310 – CS 1.0

Détermination du carbone et du soufre :
méthode par combustion et dosage par
spectrophotométrie infrarouge

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination du carbone et du soufre : méthode par combustion et dosage par spectrophotométrie infrarouge, MA. 310 – CS 1.0, Rév. 1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2010, 8 p.

TABLE DES MATIÈRES

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

INTRODUCTION

Le carbone est un élément qui se trouve en abondance dans l'environnement. Il en existe trois formes : le carbone inorganique, comprenant les carbonates et les bicarbonates, le carbone organique, présent dans les molécules organiques, et le carbone élémentaire ou graphitique.

Le soufre, quant à lui, est un élément visé dans la Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés. Selon celle-ci, les critères A, B et C sont respectivement 500, 1 000 et 2 000 mg/kg de matière sèche.

Cette méthode est tirée du manuel d'instructions de notre instrument « LECO Corporation, SC-444 and SD-444DR Instruction Manual » et de la note d'application de LECO Corporation « Sulfur and carbon in cements, soils, rocks, ceramic and similar materials, January 2003 ».

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer le carbone et le soufre dans les échantillons solides. Cependant, la présence de carbone et de soufre dans des échantillons qui ne deviennent pas liquides dans le four à 1 400 °C (par ex. les alliages) ne peut être mesurée.

Les limites de détection rapportées et les domaines d'application sont indiqués dans le tableau suivant. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en utilisant des quantités moindres d'échantillons.

Paramètre	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Carbone	0,07 %	0,07 à 10 %
Soufre	50 mg/kg	50 à 8 000 mg/kg

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 en bioxyde de carbone et de bioxyde de soufre. Les gaz (CO₂ et SO₂) produits sont acheminés vers le détecteur à infrarouge. Un système informatisé calcule et affiche la concentration du carbone total et du soufre total présent dans l'échantillon.

3. INTERFÉRENCE

Aucune interférence n'est connue pour ce type d'analyse.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Les échantillons doivent être conservés (en fonction de la matrice et du règlement) selon les recommandations décrites à la section *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale* du site Internet du CEAEQ. Lorsqu'une matrice n'est couverte par aucun de ces cahiers, le CEAEQ peut donner l'information aux clients qui en font la demande.

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre exempt de contaminant et conserver à environ 4 °C.

Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

5. APPAREILLAGE

5.1. Système automatisé pour analyser le carbone et le soufre

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

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

6.1. Pentoxyde de vanadium, V₂O₅ (CAS n° 1314-62-1)

6.2. Étalon de carbone

6.3. Étalon de soufre

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 DES ÉCHANTILLONS

L'échantillon est homogénéisé manuellement. **Pour le carbone, 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.

NOTE – Si seul le soufre est analysé, l'échantillon peut être séché.

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

7.2. DOSAGE

Les conditions d'utilisation de l'instrument sont :

- Oxygène : 30 lb/po²
- Température du four de l'analyseur à un minimum de 1 360 °C
- Temps d'intégration maximal : 180 secondes

NOTE – Sécher l'étalon de soufre à 105 °C pendant une heure et conserver au dessiccateur. Ne pas faire sécher l'étalon de carbone.

- Calibrer l'instrument en pesant précisément environ 50, 100, 200 et 300 mg d'étalon de carbone (cf. 6.2) dans une série de bateaux en céramique. Pour le soufre, peser environ 50, 100, 200 et 300 mg d'étalon de soufre (cf. 6.3) dans une autre série de bateaux et ajouter environ 600 mg de pentoxyde de vanadium (cf. 6.1).
- Pour le soufre, doser un témoin en pesant environ 600 mg de pentoxyde de vanadium (cf. 6.1).
- Doser les échantillons avec l'analyseur de carbone et de soufre. Pour le dosage du soufre, ajouter environ 600 mg de pentoxyde de vanadium (cf. 6.1) et entre 50 et 300 mg d'échantillon, préalablement homogénéisé, dans un bateau de céramique. Pour le dosage du carbone, le pentoxyde de vanadium est omis.

8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Les résultats de carbone et de soufre dans l'échantillon sont donnés directement par l'analyseur.

Si le pourcentage d'humidité a été déterminé sur une autre portion de l'échantillon, la concentration de carbone et de soufre est calculée à l'aide des relations suivantes :

Les résultats sont présentés 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 exprimée sur base humide (%);
- H : pourcentage d'humidité de l'échantillon (%).

Les résultats sont présentés en mg/kg de soufre exprimé sur base sèche.

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

où

- S : concentration de soufre (mg/kg);
- C : concentration de soufre sur base humide au dosage (mg/kg);
- H : pourcentage d'humidité de l'échantillon (%).

Si l'analyse de soufre a été faite sur un échantillon séché, le résultat lu sur l'instrument est rapporté.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

- La courbe d'étalonnage est considérée comme acceptable si le facteur de corrélation est supérieur à 0,995.
- La valeur du blanc de méthode ne doit pas avoir une surface supérieure à 0,300.
- Pour les liquides, les résultats obtenus pour l'analyse de duplicata ou répliquat ne doivent pas différer de plus de 20 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
- 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 ajouts dosés doivent permettre un recouvrement 60 % et 140 %.

10. BIBLIOGRAPHIE

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]

LECO CORPORATION. *SC-444 and SD-444DR Instruction Manual*, 2003.

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