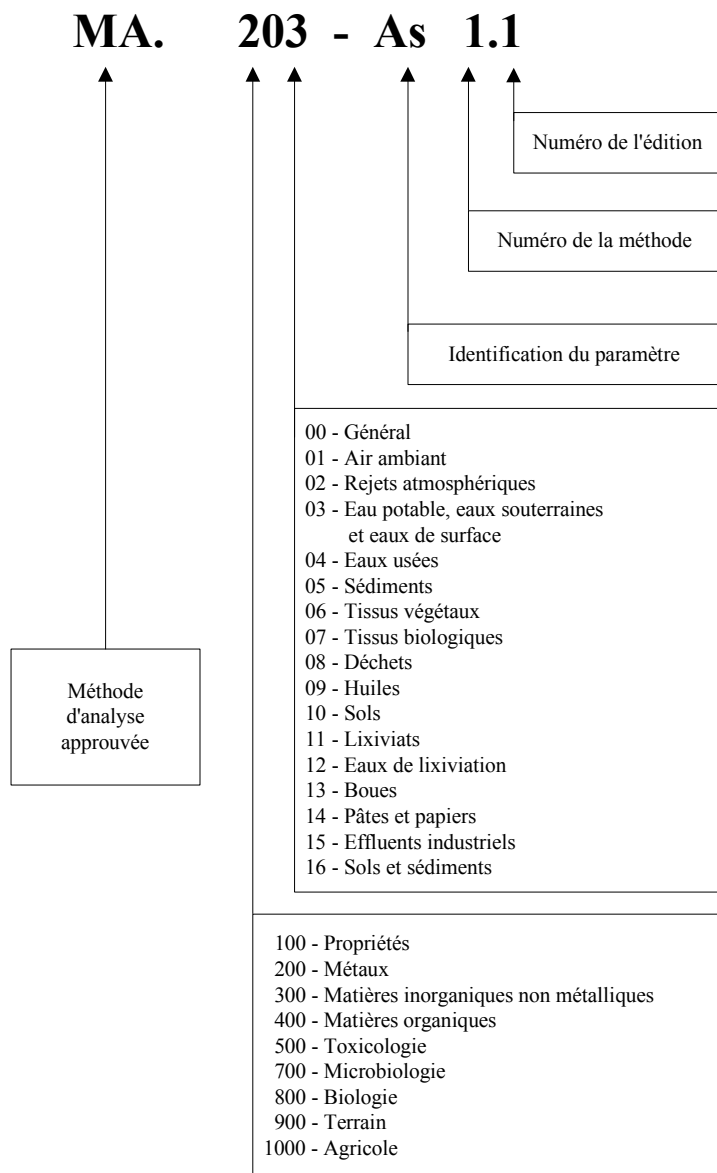


**Centre d'expertise  
en analyse environnementale  
du Québec**

**MA. 410 – C 1.0**  
Édition : 2001-04-30  
Révision : 2003-11-13 (1)

**Méthode d'analyse**  
Détermination du carbone dans les solides :  
dosage par spectrophotométrie infrarouge

## Exemple de numérotation :



ÉDITION APPROUVÉE LE : 30 avril 2001

### Historique de la méthode

Cette méthode a été écrite pour la détermination des différentes formes de carbone dans les échantillons solides. La méthode pour le carbone total est tirée du manuel d'instruction de notre instrument « Laboratory total organic carbon analyzer operations manual ». La méthode pour le carbone inorganique et le carbone graphitique est tirée du manuel « Détermination du carbone total, organique, graphitique, inorganique, libre, lié et fixe » du Centre de recherche minérale.

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 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2001, 14 p.



## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. FIABILITÉ	8
3.1. Interférence	8
3.2. Limite de détection et quantification	8
3.3. Sensibilité	8
3.4. Fidélité	9
3.5. Justesse	9
3.6. Récupération	9
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	9
5. APPAREILLAGE	9
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	9
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	10
7.1. Préparation de l'échantillon	10
7.2. Dosage du carbone total	10
7.3. Dosage du carbone inorganique	11
7.4. Dosage du carbone graphitique	11
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	12
9. LIMITES D'ACCEPTABILITÉ DU CONTRÔLE DE LA QUALITÉ	13
10. BIBLIOGRAPHIE	13
Figure 1 - Schéma de l'analyseur de carbone	14



## **INTRODUCTION**

Il existe trois formes principales 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 détermination du carbone inorganique ou organique dans un solide permet d'identifier la source de carbone dans un échantillon. Dans la mise en application du guide de valorisation des matières résiduelles inorganiques non dangereuses de source industrielle comme matériau de construction, la concentration de carbone organique dans un échantillon doit être inférieure à 1 %.

### **1. DOMAINE D'APPLICATION**

Cette méthode s'applique à la détermination du carbone total, du carbone inorganique, du carbone élémentaire et du carbone organique dans les échantillons solides.

Le domaine d'application se situe entre 0,2 % et 100 % C.

### **2. PRINCIPE ET THÉORIE**

Carbone total :

L'échantillon est placé dans un petit bateau. Par la suite, celui-ci est inséré dans une fournaise à haute température afin de dégrader la matière organique en bioxyde de carbone. Le gaz carbonique (CO<sub>2</sub>) produit est acheminé vers le détecteur à infrarouge. Le détecteur est ajusté à la longueur d'absorption du CO<sub>2</sub> dans l'infrarouge. Un système informatisé calcule et affiche la concentration du carbone total présent dans l'échantillon.

Carbone inorganique :

L'échantillon est mis en contact avec une solution d'acide phosphorique. Le gaz carbonique (CO<sub>2</sub>) produit est acheminé vers le détecteur à infrarouge. Le détecteur est ajusté à la longueur d'absorption du CO<sub>2</sub> dans l'infrarouge. Un système informatisé calcule et affiche la concentration du carbone inorganique total présent dans l'échantillon.

Carbone élémentaire (graphitique) :

L'échantillon est mis en contact avec une solution d'acide sulfurique et de bichromate de potassium afin d'oxyder le carbone organique en carbone inorganique. Par la suite, tout le carbone inorganique est enlevé en chauffant l'échantillon en milieu acide. Le solide contenant le carbone élémentaire est par la suite placé dans un petit bateau qui est inséré dans une fournaise à haute température afin de transformer le carbone en bioxyde de carbone. Le gaz carbonique (CO<sub>2</sub>) produit est acheminé vers le détecteur infrarouge. Le détecteur est ajusté à la longueur d'onde du CO<sub>2</sub> dans l'infrarouge. Un système informatisé calcule et affiche la concentration de carbone graphitique présent dans l'échantillon.

Carbone organique :

La concentration de carbone organique est calculée comme étant la différence entre le carbone total et le carbone inorganique. Si l'échantillon peut contenir du carbone élémentaire, cette valeur doit être soustraite de la concentration de carbone total afin de déterminer la valeur de carbone organique.

### 3. FIABILITÉ

Pour la définition des termes suivants, voir la section vocabulaire.

#### 3.1. INTERFÉRENCE

Le carbone élémentaire peut surévaluer la concentration de carbone organique dans un échantillon. Il est donc important, lorsque l'on soupçonne la présence de carbone élémentaire dans l'échantillon, d'en faire l'analyse afin de tenir compte de cette valeur pour calculer la concentration du carbone organique. D'une façon générale, la détermination du carbone graphitique n'est pas faite à moins d'une demande du client.

#### 3.2. LIMITE DE DÉTECTION ET QUANTIFICATION

Les limites de détection et de quantification pour les différents paramètres sont :

Paramètre	Limite de détection (%)	Limite de quantification (%)
Carbone inorganique	0,01	0,03
Carbone élémentaire	*	*
Carbone organique	0,20**	0,60**
Carbone total	0,17	0,57

\* Les limites pour le carbone élémentaire ne sont pas disponibles actuellement.

\*\* Le carbone organique étant obtenu par calcul, les valeurs indiquées sont celles fournies sur les certificats.

#### 3.3. SENSIBILITÉ

Lors de l'analyse du carbone inorganique, l'injection de 500 µl d'une solution de 1 000 mg/l de carbone produit un pic d'environ 300 unités de surface. Pour le carbone total, l'injection de 100 µl d'une solution de 1 000 mg/l de carbone produit un pic d'environ 60 unités de surface.

### 3.4. FIDÉLITÉ

#### 3.4.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures a été de  $\pm 0,06$  pour un carbone total de 0,28 % et de  $\pm 0,003$  % pour un carbone inorganique de 0,017 %.

#### 3.4.2. Répétabilité

La répliquabilité d'une série de mesures a été de  $\pm 0,3$  pour un carbone total de 5,2 % et de  $\pm 0,5$  % pour un carbone inorganique de 7,6 %.

### 3.5. JUSTESSE

Lors d'essais, l'erreur relative a été de 0,3 % pour un carbone total de 5,3 % et de 2,6 % pour un carbone inorganique de 7,8 %.

### 3.6. RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, la récupération du carbone total a été de 107 %.

## 4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant 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 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,  $H_2SO_4$

6.2. Acide phosphorique,  $H_3PO_4$

6.3. Biphthalate de potassium,  $KHC_8H_4O_4$

6.4. Bichromate de potassium,  $K_2Cr_2O_7$

6.5. Carbonate de sodium,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

6.6. Solution d'acide phosphorique 5 % (V/V)

Diluer 50 ml d'acide phosphorique (cf. 6.2) dans environ 600 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.7. Solution d'acide sulfurique 10 %

Diluer 10 ml d'acide sulfurique (cf. 6.1) dans environ 60 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 100 ml avec de l'eau.

6.8. Solution de bichromate de potassium 2N

Dissoudre 98,1 g de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (cf. 6.4), préalablement séché pendant 4 heures à 105 °C, dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.9. Solution étalon de carbone organique de 1 000 mg/l C

Dissoudre 2,125 g de  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  (cf. 6.3), préalablement séché pendant 4 heures à 105 °C, dans environ 80 ml d'eau et ajouter 0,5 ml de la solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1,0 N. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois mois.

6.10. Solution étalon de carbone inorganique de 1 000 mg/l C

Dissoudre 0,8833 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (cf. 6.5), préalablement séché pendant 4 heures à 105 °C, dans environ 80 ml d'eau et compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an.

## 7. PROTOCOLE D'ANALYSE

### 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.

### 7.2. DOSAGE DU CARBONE TOTAL

Les conditions d'utilisation de l'instrument sont :

- Oxygène : 30 lb/po<sup>2</sup>
- Température du four de l'analyseur à 850 °C

- Calibrer l'instrument en plaçant 100 µl de la solution étalon de carbone organique (cf. 6.9) à 1 000 mg/l dans un bateau et l'insérer dans le four.
- Doser les échantillons en plaçant entre 5 et 50 mg d'échantillon dans un bateau et l'insérer dans le four.

### 7.3. DOSAGE DU CARBONE INORGANIQUE

Les conditions d'utilisation de l'instrument sont :

- Oxygène : 30 lb/po<sup>2</sup>
- Température du four de l'analyseur à la température ambiante
- Calibrer l'instrument en plaçant 500 µl de la solution étalon de carbone inorganique (cf. 6.10) à 1 000 mg/l dans un erlenmeyer et en ajoutant 5 ml de la solution d'acide phosphorique 5 % (cf. 6.6). Agiter l'erlenmeyer pour favoriser la réaction.
- Doser les échantillons en plaçant entre 5 et 50 mg d'échantillon dans un erlenmeyer et en ajoutant 5 ml de la solution d'acide phosphorique 5 % (cf. 6.6). Agiter l'erlenmeyer pour favoriser la réaction.

**Note – S'assurer que le pH de l'échantillon est acide sur une autre portion de l'échantillon uniquement après l'ajout de l'acide phosphorique.**

### 7.4. DOSAGE DU CARBONE GRAPHITIQUE

#### 7.4.1. Préparation de l'échantillon

- Peser précisément environ 3 g d'échantillon et placer dans un becher de 500 ml.
- Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique 10 % (cf. 6.7) et agiter légèrement. Cette étape permet l'élimination du carbone inorganique.
- Ajouter lentement 30 ml de la solution de bichromate de potassium 2N (cf. 6.8).

**Note – La réaction peut être violente.**

- Ajouter lentement 120 ml d'acide sulfurique (cf.6.1).

**Note – La réaction peut être violente.**

- Agiter pendant environ 2 minutes. Placer sur une plaque chauffante en s'assurant que la température est d'environ 50 °C pendant 30 minutes.
- Retirer de la plaque chauffante et ajouter lentement 100 ml d'eau et 30 ml d'acide phosphorique (cf. 6.2). Agiter pendant environ 2 minutes. Laisser refroidir la solution.

- Peser un papier filtre de type 934 AH ou l'équivalent. Filtrer la solution sur ce papier filtre. Bien rincer le becher et le solide avec de l'eau.
- Placer le papier filtre avec le solide dans une étuve à 105 °C pendant un minimum de 2 heures. Retirer et placer au dessiccateur. Peser le solide et le papier filtre afin de déterminer le poids du solide.
- Procéder au dosage du carbone total comme précédemment (*cf.* 7.2).

## 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<sub>h</sub> : concentration de carbone exprimé sur base humide (%);
- H : perte à 105 °C de l'échantillon (%).

La concentration de carbone élémentaire dans l'échantillon est exprimée en pourcentage de carbone selon l'équation suivante :

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

où

- C : concentration de carbone exprimée sur base sèche (%);
- C<sub>h</sub> : concentration de carbone exprimé sur base humide (%);
- P<sub>i</sub> : poids d'échantillon sur base sèche pris initialement (g);
- P<sub>ox</sub> : poids d'échantillon pesé après oxydation au dichromate (g);
- H : perte à 105 °C de l'échantillon (%).

La concentration de carbone organique total est obtenu en soustrayant la concentration de carbone inorganique et la concentration du carbone élémentaire (si nécessaire) à la concentration de carbone total.

## 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 et du carbone élémentaire 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 résultats des duplicata et des replica ne doivent pas varier de plus de 0,5 % en valeur absolue si la concentration du carbone inorganique 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

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.

CENTRE DE RECHERCHE MINÉRALE, Détermination du carbone total, organique, graphitique, inorganique, libre, lié et fixe, Méthodes d'analyses de diverses substances minérales, tome 4, 1991.

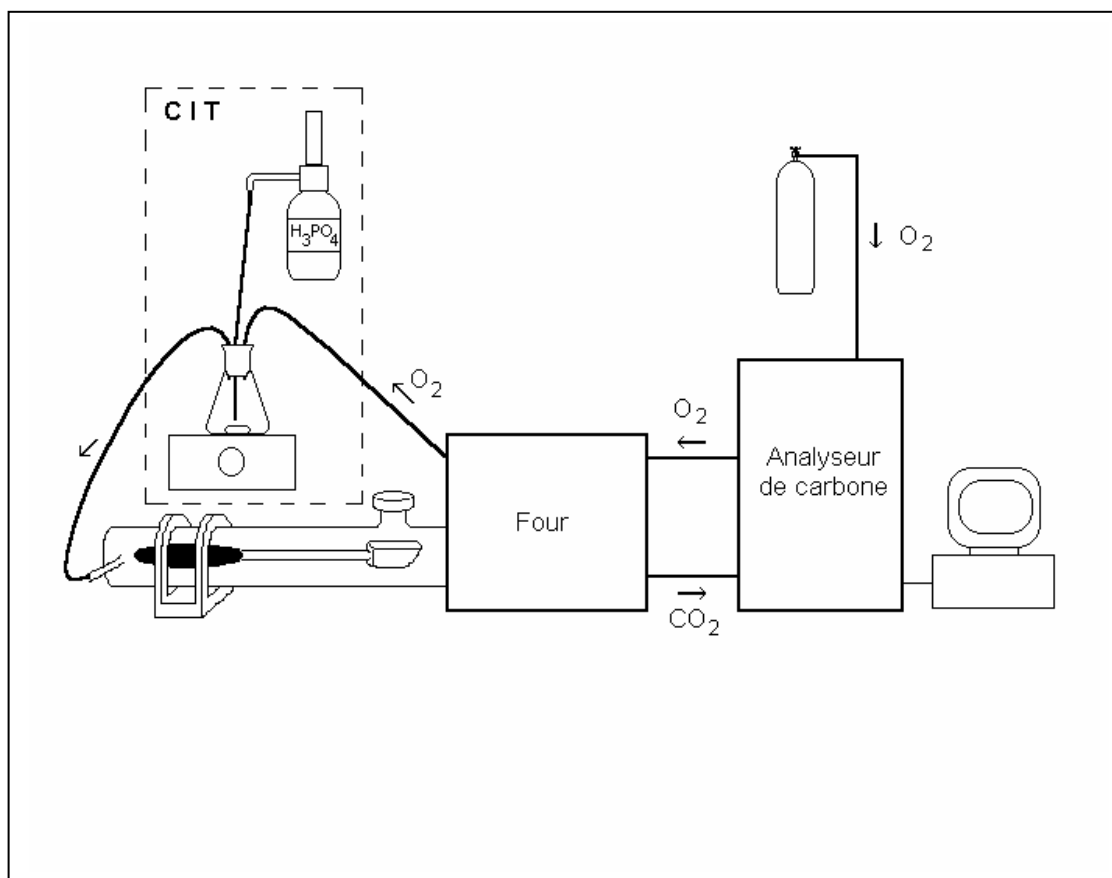


Figure 1 - Schéma de l'analyseur de carbone