# Méthode d'analyse

MA. 300 – C 1.0
2026-08-04 (révision 9)

## Détermination du carbone inorganique dissous, du carbone organique dissous et du carbone organique total : méthode par détection infrarouge

Votre gouvernement

Québec

**Coordination et rédaction**

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

**Renseignements**

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974
Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp
Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

**Pour obtenir un exemplaire du document**

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs
675, boul. René-Lévesque Est, 4e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2026
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-555-04577-4 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2026

# TABLE DES MATIÈRES


INTRODUCTION ..... 1

1. Domaine d'application ..... 2
2. Principe et théorie ..... 2
3. Interférence ..... 2
4. Conservation ..... 2
5. Matériel et appareillage ..... 3
6. Réactifs et étalons ..... 3
7. Protocole d'analyse ..... 4
   - 7.1 PRÉPARATION DU MATÉRIEL ..... 4
   - 7.2 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ..... 4
   - 7.3 FILTRATION DES ÉCHANTILLONS POUR L'ANALYSE DU COD ..... 5
   - 7.4 DOSAGE ..... 5
8. Calcul et expression des résultats ..... 6
9. Critères d'acceptabilité ..... 6
10. Bibliographie ..... 7

Annexe ..... 8

TABLEAU 1 - CONDITIONS D'UTILISATION DU SHIMADZU TOC-L ..... 8

# Introduction

Le carbone organique trouvé dans les eaux naturelles est composé en majeure partie de substances humiques, de matériaux végétaux et animaux partiellement dégradés ainsi que de substances organiques provenant de divers effluents municipaux et industriels, en particulier ceux des usines de pâtes et papiers. Pour un effluent donné, une corrélation peut être établie entre le carbone organique dissous et la demande chimique ou biochimique en oxygène. Cette mesure permet donc de suivre l'évolution de la pollution organique dans les milieux aquatiques et de faciliter la surveillance d'un procédé de traitement des eaux usées.

Quant au carbone inorganique dissous, il comprend l'acide carbonique, les carbonates et les bicarbonates présents dans l'eau. L'acide carbonique provient du dioxyde de carbone de l'atmosphère combiné avec de l'eau, tandis que les carbonates et les bicarbonates proviennent des roches carbonatées en contact avec les nappes d'eau. Les principales sources d'émission de bicarbonates dans l'environnement sont les effluents d'industries qui utilisent les sels de bicarbonates, reconnus pour leur grande solubilité dans l'eau. Ces effluents industriels peuvent en contenir d'importantes quantités.

# 1. Domaine d'application

Cette méthode s'applique à la détermination de la concentration de carbone organique dissous et de carbone inorganique dissous dans les eaux souterraines, les eaux de surface et les eaux usées de même qu'à la détermination de la concentration de carbone organique total dans l'eau potable.

Le domaine d'application se situe entre 0,20 et 20 mg/l C pour le carbone organique dissous et le carbone organique total. Pour le carbone inorganique dissous, le domaine d'application se situe entre 0,20 et 100 mg/l C.

# 2. Principe et théorie

Pour l'analyse du carbone organique total (COT), tout comme celle du carbone organique dissous (COD), l'échantillon contenant des composés carbonylés est introduit dans un tube chauffé à 680 °C qui contient un catalyseur agissant comme oxydant. Les composés de combustion et de dégradation prennent la forme de $CO_2$. C'est ce $CO_2$ qui est analysé par détection infrarouge et quantifié par comparaison à une courbe d'étalonnage. Le carbone organique dissous (COD) et le carbone organique total (COT) réfèrent au carbone organique non volatile. On le mesure en acidifiant l'échantillon au préalable à l'aide d'acide chlorhydrique et en y faisant barboter de l'air de qualité ultrapure.

Pour déterminer la concentration du carbone inorganique dissous (CID), l'échantillon et une solution acide ($H_3PO_4$) sont mis en contact dans un tube réacteur à l'intérieur duquel barbote un gaz vecteur. Seuls les composés inorganiques sont décomposés en $CO_2$ qui est détecté par l'analyseur infrarouge. Le carbone qui est sous forme de carbonate et bicarbonate est mesuré par cette méthode (CID).

# 3. Interférence

Tout produit de décomposition ou de combustion autre que le $CO_2$ susceptible d'interférer avec la détection à l'infrarouge est une source possible d'interférence.

Le $CO_2$ contenu dans l'air ambiant peut être une source de contamination; c'est pourquoi il est préférable de sceller les tubes lorsqu'ils sont placés sur l'échantillonneur.

# 4. Conservation

Prélever un échantillon représentatif d'eau dans un contenant de plastique ou de verre. Un volume minimal de 100 ml est requis.

Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 48 heures.

Pour les échantillons naturels, l'analyse du COD peut être faite soit en laissant décanter l'échantillon, soit par filtration.

La filtration est effectuée à l'aide d'un filtre d'une porosité de 0,45 µm exempt de contamination en carbone. Un volume d'échantillon minimal de 125 ml est requis pour la filtration. Le délai de conservation entre le prélèvement et la filtration est de 48 heures.

Pour le COD et le COT, lorsque des délais supérieurs à 48 heures sont prévus, l'échantillon doit être acidifié avec 0,5 ml d'acide chlorhydrique 25 % v/v par 100 ml d'échantillon. Il est à noter que lorsqu'un échantillon est acidifié, le laboratoire ne peut analyser le CID.

# 5. Matériel et appareillage

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

5.1 Analyseur de marque Shimadzu, Total Organic Carbon, modèle TOC-L

5.2 Échantillonneur de marque Shimadzu, modèle ASI-L

5.3 Générateur d'air zéro ayant une concentration de $CO_2$ à la sortie de 1 ppm ou moins

5.4 Système informatique

5.5 Flacons en verre pour échantillons et étalons

5.6 Film scellant (type Parafilm®)

5.7 Tude de 50 ml en plastique (Type DigiTUBE®)

5.8 Filtre en téflon de 0.45 um (type DigiFILTER® 0.45 micron)

5.9 Rampe à filtration (type DigiFILTER®)

# 6. Réactifs et étalons

Lorsque l'utilisation de réactifs commerciaux d'une qualité particulière est nécessaire, une mention à cet effet est ajoutée après le nom du produit.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau ultrapure.

À moins d'indication contraire, les solutions peuvent être conservées à la température de la pièce et jusqu'à épuisement

6.1 Acide chlorhydrique, HCl (n° CAS 7647-01-0)

6.2 Acide phosphorique, $H_3PO_4$ (n° CAS n7664-38-2)

6.3 Hydroxyde de sodium, NaOH (n° CAS 1310-21-1)

6.4 Biphtalate de potassium, $C_8H_5KO_4$ (n° CAS 877-24-7)

6.5 Bicarbonate de sodium, $NaHCO_3$ (n° CAS 144-55-8)

6.6 Acide chlorhydrique, 2 N (pour l'acidification des échantillons)

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml, diluer 167 ml d'acide chlorhydrique concentré dans environ 800 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.

6.7 Solution étalon mère de carbone organique, 100 mg/l C

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml, dissoudre 0,213 g de biphtalate de potassium dans environ 800 ml d'eau. Ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique concentré. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.8 Solutions étalons de travail de carbone organique (5, 10, 15 et 20 mg/l C)

Dans une série de fioles volumétriques de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes volumétriques 5, 10, 15 et 20 ml de la solution étalon mère de carbone organique, 100 mg/l C. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions sont refaites chaque jour d'utilisation.

6.9 Acide phosphorique, 20 % (V/V)

Dans une fiole volumétrique de 250 ml, diluer 50 ml d'acide phosphorique concentré dans environ 100 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.10 Solution étalon mère de carbone inorganique, 1000 mg/l C

Dans une fiole volumétrique de 100 ml, dissoudre 0,699 g de bicarbonate de sodium dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.11 Solutions étalons de travail de carbone inorganique (10, 20, 40, 60, 80, 100 mg/l C)

Dans une série de fioles volumétriques de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes volumétriques 1, 2, 4, 6, 8 et 10 ml de la solution étalon mère de carbone inorganique de 1000 mg/l C. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions sont refaites à chaque utilisation.

6.12 Solution d'acide chlorhydrique 25 % (V/V) (pour la préservation des échantillons)

Dans une fiole volumétrique de 1000 ml, diluer 250 ml d'acide chlorhydrique concentré dans environ 500 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

# 7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie,* DR-12-SCA-01, sont suivies pour 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

Toute la verrerie utilisée pour les étalons et les échantillons doit être rincée cinq fois avec de l'eau ultrapure avant l'utilisation. Après l'utilisation, les tubes pour les échantillons sont rincés pour une réutilisation.

## 7.2 Préparation des échantillons

I. Transférer le volume d'échantillon requis dans un flacon en verre compatible avec l'échantillonneur de l'instrument choisi. Les flacons sont remplis en laissant au moins 1 cm d'air dans le flacon et recouverts de film paraffiné.

- Pour l'analyse du **COD** et du **CID** dans les échantillons naturels, **transférer le surnageant du contenant d'échantillon dans le flacon en verre sans agitation**.

Pour l'analyse du **COT**, l'échantillon est homogénéisé par une légère agitation avant d'être transféré dans le flacon pour analyse.

## 7.3 Filtration des échantillons pour l'analyse du COD

I. Préparer le montage de filtration incluant le filtre, le tube pour l'échantillon et le tube pour le filtrat.

II. Rincer le montage (filtre, tube pour échantillon et tube pour filtrat) en filtrant environ 50 ml d'eau ultrapure.

III. Jeter le filtrat et s'assurer de bien égoutter les composants pour éliminer les traces d'eau résiduelles.

IV. Transférer environ 50 ml d'échantillon à analyser dans le tube et procéder à la filtration. ***NB:*** Un volume minimum de 20 ml est requis pour l'analyse.

V. A la fin de la filtration, récupérer le tube avec le filtrat et fermer avec le bouchon.

VI. L'échantillon filtré est conservé à 4 °C jusqu'à l'analyse.

VII. Procéder à l'analyse de l'échantillon filtré dans un délai de 48 h après le prélèvement sur le terrain.

## 7.4 Dosage

I. Lancer le logiciel Cliquer sur le bouton « Connect » pour établir la communication avec l'instrument. La fournaise commence à chauffer automatiquement la colonne catalytique jusqu'à 680 °C. Attendre environ 45 minutes pour obtenir une bonne stabilisation de la ligne de base.

II. Mettre de l'eau ultrapure fraîche dans les contenants de rinçage et de dilution. Ajuster le niveau des trappes d'eau à l'intérieur de l'appareil au niveau approprié.

III. Faire le zéro point détection pour vérifier l'absence de bulles d'air à l'intérieur de la seringue.

IV. Régénérer la colonne avec HCl 2 N lorsque nécessaire.

**Pour le COD et le COT**, cliquer sur l'icône de la courbe de calibration. Créer le fichier calibration avec les solutions étalons 0, 5, 10, 15 et 20 mg/L en suivant les indications du logiciel. Régler le temps de barbotage à 8 minutes.

- Cliquer ensuite sur l'icône « Sequence ». Commencer la séquence avec la courbe de calibration créée et continuer avec les échantillons inconnus. Ajouter les échantillons et sélectionner la courbe de calibration COD créée précédemment pour le champ « Origin ».
- Placer les échantillons, les blancs, les échantillons de contrôle de la qualité et les duplicata selon les indications du document DR-12-SCA-01 sur l'échantillonneur.

**Pour le CID,** cliquer sur l'icône de la courbe de calibration. Créer le premier fichier de calibration avec les solutions étalons de 0, 10 et 20 mg/L et le second fichier de calibration avec les solutions étalons de 20, 40, 60, 80 et 100 mg/L en suivant les indications du logiciel.

- Cliquer ensuite sur l'icône « Sequence ». Commencer la séquence avec les deux courbes de calibration créées.
- Cliquer ensuite sur l'icône « Method », suivre les indications à l'écran et sélectionner les deux courbes de calibration dosées précédemment lorsque le logiciel le demande. Cliquer ensuite sur l'icône « Sequence », ajouter les échantillons et sélectionner la méthode CID pour le champ « Origin ».

- Placer les échantillons, les blancs, les échantillons de contrôle de la qualité et les duplicatas selon les indications du document DR-12-SCA-01.

V. Ajuster le débit du gaz de barbotage (*sparge gas*) à environ 100 ml/min.

VI. S'assurer que le témoin lumineux « Ready » est en vert.

VII. Lancer l'analyse en appuyant sur « Start ».

# 8. Calcul et expression des résultats

La concentration en carbone d'un échantillon est calculée en utilisant l'équation de la droite d'étalonnage. Les résultats sont obtenus directement à partir du logiciel d'analyse. Ils sont exprimés en mg/l C d'après l'équation suivante :

$$C = A \times F$$

où

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

# 9. Critères d'acceptabilité

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

| Éléments de contrôle | Critères d'acceptabilité |
|---|---|
| Matériaux de référence | La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts types. |
| Duplicata et réplicats | Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplicat) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 10 %. |
| Blanc | La valeur du blanc ne doit pas dépasser deux fois la limite de détection. |
| Ajouts dosés | Le pourcentage de récupération doit être entre 80 % et 120 %. |
| Courbe d'étalonnage | La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur à 0,995. |

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

**NOTE : Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.**

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR 12 SCA 01. Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs. [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 de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]

# ANNEXE

## Conditions instrumentales

### Tableau 1 - Conditions d'utilisation du Shimadzu TOC-L

| Instruments Properties (TOC) | |
|---|---|
| *Carrier Gas* | *Air* |
| *TC furnace (Deg.C)* | *680* |
| *Auto regeneration of IC solution* | *Checked* |
| *Enable ready status check* | *Checked* |
| *Measurement Method* | *Normal* |
| *Carrier Gas flow (mL/min)* | *150* |

*Environnement,*
*Lutte contre*
*les changements*
*climatiques,*
*Faune et Parcs*
Québec