

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,
DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,
DE LA FAUNE ET DES PARCS

Méthode d'analyse

MA. 310 – CS 1.0

2023-03-30 (Révision 5)

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

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par la Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (DGCSCAEQ) 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

Direction générale de la coordination scientifique et du 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, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

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

Dépôt légal – 2022
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN 978-2-550-96491-9 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2023

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	2
4. Prélèvement et conservation	2
5. Matériel et appareillage	2
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	3
7.1 Préparation de l'échantillon	3
7.2 Dosage	3
8. Calcul et expression des résultats	4
9. Critères d'acceptabilité	4
10. Bibliographie	5

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 400, 1 000 et 2 000 mg/kg de matière sèche. Le soufre se trouve également dans le secteur du ciment et de la chaux. Pour la vérification de l'article 58 du Règlement sur l'assainissement de l'atmosphère, une méthodologie a été élaborée et une analyse du soufre est exigée dans les attestations d'assainissement.

La méthode d'analyse MA. 310 – CS 1.0 est tirée du manuel d'instructions de notre instrument LECO intitulé *832 Series Sulfur/Carbon Analyzer with Cornerstone® Brand Software Instruction Manual* et de la note d'application de LECO Corporation *Sulfur and Carbon Determination in Cement, Clay, Fly Ash, Limestone, Soil, and Ore*.

1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 310 – CS 1.0 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 (p. 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.

Paramètres	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Carbone	Validation en cours	Validation en cours
Soufre	100 mg/kg	50 à 50 000 mg/kg

2. Principe et théorie

L'échantillon est placé dans un bateau de céramique. Par la suite, ce dernier est inséré dans une fournaise à haute température en présence d'oxygène afin de dégrader la matière en dioxyde de carbone (CO₂) et en dioxyde de soufre (SO₂). Le CO₂ et le 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

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 six mois.

5. Matériel et appareillage

- 5.1. Système automatisé pour analyser le carbone et le soufre de marque LECO, modèle SC-832DR avec écran tactile muni d'un échantillonneur automatisé
- 5.2. Balance dont la sensibilité est de 1 mg

6. Réactifs et étalons

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont conformes aux normes de l'American Chemical Society (ACS), à moins d'indication contraire.

- 6.1. Étalons de soufre et de carbone
- 6.2. Accélérateur de combustion COM-CAT

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 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 de l'échantillon

L'échantillon est homogénéisé manuellement. **Pour le carbone, l'échantillon ne doit pas être séché à 104 °C pour éviter de perdre de la matière organique volatile.** Déterminer le pourcentage de perte à 104 °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 2 mm.

7.2 Dosage

Les conditions d'utilisation de l'instrument sont les suivantes :

- Température du four de l'analyseur : 1 450 °C
- Temps d'intégration maximal : 360 secondes

Conserver les étalons soufre-carbone au dessiccateur.

- Établir le blanc de la méthode avant chaque étalonnage, en analysant trois bateaux de céramique contenant seulement l'accélérateur de combustion (Com-Cat).
- Étalonner l'instrument lors de chaque journée d'utilisation de l'instrument en pesant précisément environ 50, 100 et 300 mg d'échantillon de soufre-carbone de plus faible concentration et 100 mg d'échantillon soufre-carbone plus concentré dans une série de bateaux en céramique et ajouter 1,0 g de Com-Cat.
- Doser un témoin en pesant environ 1,0 g de Com-Cat dans un bateau de céramique.
- Pour le dosage des échantillons, peser environ 250 mg d'échantillon, préalablement homogénéisé, dans un bateau de céramique et ajouter 1,0 g de Com-Cat.

8. Calcul et expression des résultats

La courbe d'étalonnage (courbe linéaire) est tracée à partir des mesures de surface des pics ainsi que des quantités et des concentrations des étalons.

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 équations ci-dessous. 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 milligramme par kilogramme (mg/kg) de soufre exprimé sur base sèche.

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

Où

S : concentration de soufre exprimée sur base sèche (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 valeur du blanc de méthode ne doit pas avoir une surface supérieure à 100 unités.
- Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicata ou de réplicats 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 la personne responsable désignée.
- La courbe d'étalonnage est considérée comme acceptable si le facteur de corrélation est supérieur à 0,995.

10. Bibliographie

NOTE – Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*, Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques. Disponible au <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, édition courante. Disponible au 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, Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, édition courante. Disponible au http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf.

LECO CORPORATION. *832 Series Sulfur/Carbon Analyzer with Cornerstone® Brand Software Instruction Manual*, 2020.

LECO CORPORATION. *Sulfur and Carbon Determination in Cement, Clay, Fly Ash, Limestone, Soil, and Ore Form No. 203--96*, August 2021, rev-4.



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

Québec 