

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

Méthode d'analyse

MA. 405 – C 1.1

2023-04-03 (révision 4)

Détermination du carbone organique total
dans les solides : dosage par titrage

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 (DGCSCEAEQ) 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 au www.environnement.gouv.qc.ca.

Dépôt légal – 2023

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN 978-2-550-94398-3 (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. Appareillage	2
6. Réactifs et étalons	2
7. Protocole d'analyse	3
7.1 Préparation de l'échantillon	3
7.2 Dosage du carbone organique total	3
8. Calcul et expression des résultats	4
9. Critères d'acceptabilité	5
10. Bibliographie	5

Introduction

La détermination du carbone organique total nous permet d'évaluer la quantité de matière organique présente dans des échantillons de sols et de sédiments. La matière organique amplifie grandement la capacité d'échange cationique du sol et retient les nutriments assimilables par les plantes.

Selon le *Guide de valorisation des matières résiduelles inorganiques non dangereuses de source industrielle comme matériau de construction*, une concentration supérieure à 1 % de carbone organique total peut s'avérer problématique dans l'utilisation de cette matière résiduelle.

1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 405 sert à déterminer le carbone organique total dans les échantillons solides. La limite de détection rapportée est de 0,10 % et le domaine d'application se situe entre 0,10 % et 100 % de carbone.

2. Principe et théorie

Le carbone organique total dans les solides peut être déterminé par titrage. Pour ce faire, une solution de bichromate de potassium est ajoutée à un échantillon en présence d'acide sulfurique. Après la réaction, le dosage de la quantité de bichromate qui n'a pas réagi avec l'échantillon permet d'établir la concentration de carbone organique total.

3. Interférence

La présence de tout produit réducteur inorganique peut causer une surévaluation de la valeur de carbone organique total.

4. Prélèvement et conservation

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de verre exempt de contaminants.

Aucun agent de préservation n'est ajouté. Conserver l'échantillon en réfrigérant entre 1 et 6 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

5. Appareillage

- 5.1 Balance analytique dont la sensibilité est de 1 mg
- 5.2 Burette
- 5.3 Étuve à 104 °C ± 1 °C

6. Réactifs et étalons

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire. L'eau utilisée pour la préparation des réactifs est de l'eau distillée ou déminéralisée.

À moins d'indication contraire, les solutions préparées peuvent être conservées indéfiniment à la température ambiante. Elles doivent cependant être refaites si un changement de couleur est noté ou s'il y a formation d'un précipité.

- 6.1. Acide sulfurique, H_2SO_4 (CAS n° 7664-93-9)
- 6.2. Acide phosphorique, H_3PO_4 (CAS n° 7664-38-2)
- 6.3. Bichromate de potassium, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (CAS n° 7778-50-9)

6.4. Sulfate ferreux, $\text{FeSO}_4 \bullet 7 \text{H}_2\text{O}$ (CAS n° 7782-63-0)

6.5. 1, 10-phénanthroline monohydraté, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \bullet \text{H}_2\text{O}$ (CAS n° 5144-89-8)

6.6. Bichromate de potassium 1 N

Peser précisément environ 49,04 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ préalablement séché à 104 °C pendant 2 heures, puis dissoudre dans environ 700 ml d'eau. Agiter et compléter à 1 litre avec de l'eau.

6.7. Solution indicatrice de ferroïne

Peser précisément environ 1,485 g de 1, 10-phénanthroline monohydraté et 0,695 g de $\text{FeSO}_4 \bullet 7 \text{H}_2\text{O}$ et dissoudre dans environ 70 ml d'eau. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

6.8. Sulfate ferreux 0,5 N

Peser précisément environ 70,0 g de $\text{FeSO}_4 \bullet 7 \text{H}_2\text{O}$ et dissoudre dans environ 350 ml d'eau. Ajouter 20 ml de H_2SO_4 et compléter à 500 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an à la température ambiante.

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie* (document 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 (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 104 °C afin d'éviter de perdre de la matière organique volatile.** Déterminer le pourcentage d'humidité sur une autre portion de l'échantillon. Utiliser uniquement la portion inférieure à 2 mm pour l'analyse.

7.2 Dosage du carbone organique total

- Peser une portion de solide entre 0,25 g et 1,0 g de sol dans une fiole conique de 250 ou 300 ml et y ajouter 10 ml de bichromate de potassium 1 N. Mettre un barreau aimanté dans la fiole.
- Ajouter 20 ml d'acide sulfurique concentré et placer un verre de montre sur la fiole conique.
Note – Ajouter l'acide sulfurique lentement, car il peut y avoir projection.
- Agiter vigoureusement pendant 1 minute et laisser reposer pendant 30 minutes.
- Rincer le verre de montre et ajouter 150 à 200 ml d'eau déminéralisée, 10 ml d'acide phosphorique concentré et 10 à 15 gouttes de la solution indicatrice de ferroïne.

- Titrer l'excès de bichromate de potassium avec la solution de sulfate ferreux 0,5 N; lors de l'apparition de la coloration turquoise, titrer lentement jusqu'à la coloration finale brune. Noter le volume utilisé.

Note – Si le titrage prend moins que 4 ml de sulfate ferreux 0,5 N (c.-à-d. que plus de 80 % de dichromate est réduit), il faut reprendre l'analyse avec un poids moindre d'échantillon. Si le volume de titrant est proche du témoin, prendre une quantité plus importante de sol jusqu'à un maximum d'environ 1,0 g. Si le point de virage est dépassé, il faut reprendre l'échantillon sur une autre portion.

Préparation d'un témoin

- Introduire dans un erlenmeyer un barreau aimanté, 10 ml de bichromate de potassium 1 N et 20 ml d'acide sulfurique. Couvrir d'un verre de montre puis agiter vigoureusement pendant une minute avant de poursuivre la procédure décrite aux paragraphes précédents. Faire au moins un duplicata.

8. Calcul et expression des résultats

Les résultats sont exprimés en pourcentage de carbone. En considérant les concentrations de sulfate ferreux et du bichromate de potassium, chaque millilitre de bichromate de potassium qui réagit correspond à 4 mg de carbone.

Le pourcentage de carbone dans l'échantillon exprimé en pourcentage de carbone, base sèche, est déterminé comme suit :

$$C = \frac{(A - B) \times 10 \times 0,004 \times 100}{P \times A}$$

où

- C : concentration de carbone organique (% C);
- A : volume de sulfate ferreux utilisé pour le témoin (ml);
- B : volume de sulfate ferreux utilisé pour l'échantillon (ml);
- 10 : volume de bichromate ajouté initialement;
- 0,004 : nombre de grammes de carbone par millilitre de bichromate;
- P : poids de l'échantillon titré exprimé sur base sèche (g);
- 100 : facteur pour obtenir un pourcentage.

9. Critères d'acceptabilité

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

- Aucun critère n'existe pour le blanc puisqu'il est utilisé comme témoin.

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.

Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicata ou de répliqués ne doivent pas différer de plus de 20 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.

Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement de 70 à 130 %.

10. Bibliographie

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

CONSEIL DES PRODUCTIONS VÉGÉTALES DU QUÉBEC. *Détermination du carbone organique (Walkley-Black modifiée)*, Agdex 533, Méthode MA-1, juin 1988, 1 p.



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

Québec

