

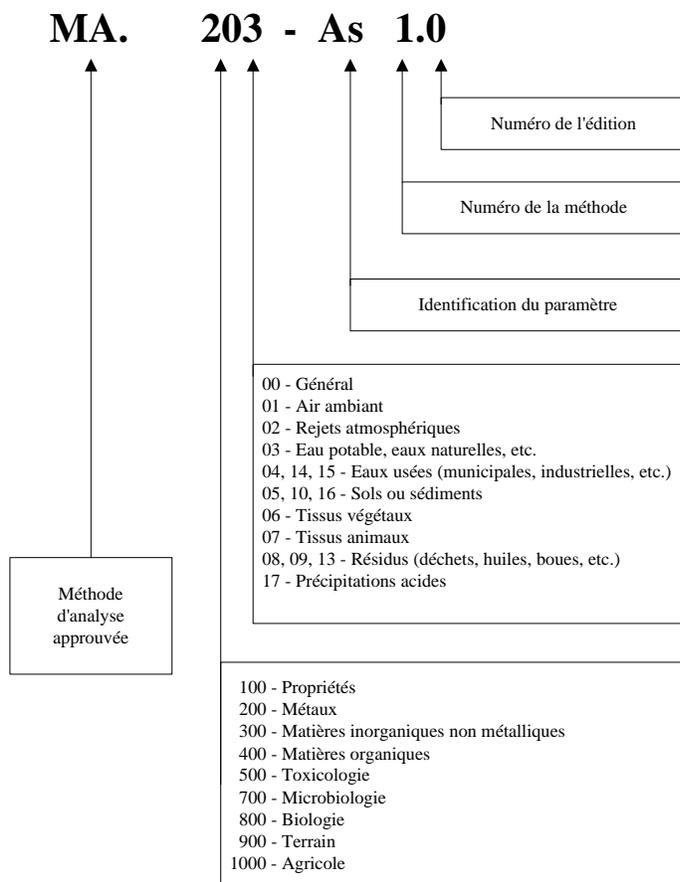
Méthode d'analyse



MA. 304 – T.L. 1.1

Détermination des tannins et des lignines : méthode
colorimétrique

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est identifiée par l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. L'indice peut également être augmenté si une révision entraîne des modifications en profondeur. La date de révision d'une méthode est suivie d'un chiffre indiquant la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination des tannins et des lignines : méthode colorimétrique, MA. 304 – T.L. 1.1,
Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 2012, 9 p.

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
2700, rue Einstein, bureau E.2.220
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301
Télécopieur : 418 528-1091
Courriel : ceaeq@mddfp.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2012

TABLE DES MATIÈRES

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

INTRODUCTION

Les tannins et les lignines sont des constituants de la matière végétale. Les principales sources de rejet de lignine dans l'environnement sont les usines de pâtes et papiers, tandis que le tannin provient de la dégradation de la matière végétale et des rejets de tanneries.

Les tannins et les lignines présents dans l'eau potable produisent une couleur jaune brun inesthétique.

Cette méthode est basée sur la méthode 5550B « Colorimetric Method » des *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer les tannins et les lignines dans les effluents aqueux.

La limite de détection rapportée est de 0,1 mg/l et le domaine d'application se situe entre 0,1 mg/l et 10 mg/l tannins-lignines.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

La détermination des tannins et des lignines s'effectue à l'aide d'un dosage colorimétrique.

Les tannins et les lignines réduisent les acides tungstophosphoriques et molybdophosphoriques et forment un complexe bleu dont l'absorbance à 700 nm est proportionnelle à la concentration des tannins-lignines présents dans l'échantillon.

3. INTERFÉRENCE

Toutes les substances réductrices introduisent une interférence positive.

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*, accessible sur le site Web du CEAEQ.

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre.

Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 7 jours.

5. APPAREILLAGE

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

- 5.1. Spectrophotomètre visible
- 5.2. Tubes jetables de 16 × 125 mm

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 et des solutions étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée.

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2. Acide phosphorique, H₃PO₄ (CAS n° 7664-38-2)
- 6.3. Tungstate de sodium, Na₂WO₄·2 H₂O (CAS n° 10213-10-2)
- 6.4. Molybdate de sodium, Na₂MoO₄·2 H₂O (CAS n° 10102-40-6)
- 6.5. Sulfate de lithium, Li₂SO₄·H₂O (CAS n° 10102-25-7)
- 6.6. Brome, Br₂ (CAS n° 7726-95-6)
- 6.7. Carbonate de sodium, Na₂CO₃ (CAS n° 497-19-8)
- 6.8. Tartrate de sodium (CAS n° 868-18-8)
- 6.9. Acide tannique (CAS n° 1401-55-4)
- 6.10. Réactif tannin-lignine

Peser exactement environ 100 g de Na₂WO₄·2 H₂O (*cf.* 6.3) et 25 g de Na₂MoO₄·2 H₂O (*cf.* 6.4) et verser dans un ballon de 2 litres à fond plat et ajouter environ 700 ml d'eau. Ajouter lentement 50 ml de H₃PO₄ (*cf.* 6.2) et 100 ml de HCl (*cf.* 6.1) en laissant refroidir après chaque addition. Placer le ballon dans une mante chauffante, installer le réfrigérant et faire bouillir le mélange à reflux pendant 10 heures.

Enlever le réfrigérant, laisser refroidir. Peser exactement environ 150 g de Li₂SO₄·H₂O (*cf.* 6.5) et ajouter au ballon. Ajouter 50 ml d'eau et quelques gouttes de brome (*cf.* 6.6). Faire bouillir le mélange pendant 15 minutes pour enlever l'excès de brome. Laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Filtrer et transférer dans une bouteille brune à la température ambiante.

Cette solution se conserve indéfiniment dans une bouteille ambrée à 4 °C. Refaire le réactif s'il y a formation d'un précipité ou s'il devient verdâtre.

6.11. Réactif carbonate-tartrate

Peser exactement environ 40 g de Na_2CO_3 (cf. 6.7) et 2,4 g de tartrate de sodium (cf. 6.8) et dissoudre dans environ 150 ml d'eau chaude. Agiter, laisser refroidir et compléter à 200 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve indéfiniment à la température ambiante. Refaire le réactif s'il y a formation d'un précipité.

6.12. Solution mère de tannins de 1 000 mg/l

Peser exactement environ 0,25 g d'acide tannique (cf. 6.9) et dissoudre dans environ 200 ml d'eau. Compléter à 250 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an à 4 °C.

6.13. Solution intermédiaire de tannins de 100 mg/l

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide d'une pipette 5 ml de la solution mère de tannins de 1 000 mg/l (cf. 6.12) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an à 4 °C.

6.14. Solutions étalons de tannins de 0, 0,2, 0,5, 1,0, 3,0 et 5,0 mg/l

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes 0, 0,2, 0,5, 1, 3 et 5 ml de la solution intermédiaire de tannins de 100 mg/l (cf. 6.13) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions se conservent une semaine.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

7.1. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Les solutions étalons et les échantillons sont traités de la même façon pour chaque séquence d'analyse.

- Homogénéiser l'échantillon.
- Prélever à l'aide d'une pipette 10 ml d'échantillon et l'introduire dans une éprouvette.

- Ajouter rapidement 0,2 ml du réactif de tannin-lignine (cf. 6.10) et 2 ml du réactif carbonate-tartrate (cf. 6.11). Visser le bouchon, agiter et attendre 30 minutes avant de procéder aux lectures de transmittance.

Note – L'échantillon doit être à la température ambiante avant l'ajout du réactif tannin-lignine.

7.2. DOSAGE

L'étalonnage de l'instrument est fait quotidiennement.

- Ajuster la longueur d'onde du spectrophotomètre à 700 nm.
- Essuyer l'extérieur des éprouvettes avant de faire les lectures de transmittance.
- Ajuster le 100 % de transmittance avec la solution témoin. Tourner le tube de façon à obtenir la transmittance maximale.
- Noter la lecture de transmittance des solutions étalons et des échantillons. Tourner le tube de façon à obtenir la transmittance maximale.
- Si l'échantillon est turbide ou coloré, faire un témoin d'échantillon constitué de 10 ml d'échantillon auquel est ajouté 2 ml du réactif carbonate-tartrate (cf. 6.11).

7.3. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour la détermination des tannins-lignines.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats d'analyse sont obtenus à l'aide d'un système informatisé de traitement de données qui convertit les mesures de transmittance en absorbance. Une courbe d'étalonnage (courbe linéaire) est tracée à partir des mesures d'absorbances et de la concentration des solutions étalons.

La concentration de tannins-lignines est exprimée en mg/l de tannins-lignines selon l'équation suivante :

$$C = (A - B) \times F$$

où

- C : concentration des tannins et des lignines dans l'échantillon (mg/l);
- A : concentration des tannins et des lignines dans la solution dosée (mg/l);
- B : concentration des tannins et des lignines du témoin d'échantillon (mg/l);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

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.
- Le blanc est utilisé pour ajuster le 100 % de transmittance.
- Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicatas ou de répliqués ne doivent pas différer de plus de 10 % 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 70 % et 130 %.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 22nd Edition, 2012.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [<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, 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]