

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

Méthode d'analyse

MA. 313 – CNO 1.1

2023-02-14 (révision 5)

Détermination des cyanates : méthode par
chromatographie ionique

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 du 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 – 2023

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN 978-2-550-93920-7 (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	2
7. Protocole d'analyse	3
7.1 Préparation des échantillons	3
7.2 Dosage	4
7.3 Préparation spéciale de la verrerie	4
8. Calcul et expression des résultats	4
9. Critères d'acceptabilité	4
10. Bibliographie	5

Introduction

Les cyanates sont peu communs à l'état naturel. Leur présence est reliée principalement à l'action du chlore sur l'ion cyanure, qui, en milieu alcalin, produit l'ion cyanate.

Les principales sources de rejet dans l'environnement sont les effluents de certaines installations industrielles susceptibles de rejeter d'importantes quantités de cyanure dans le milieu aquatique. La façon la plus courante de traiter les effluents contenant des composés du cyanure est par chloration en milieu alcalin. Au cours de cette chloration, il y a production de cyanates.

1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 315 – CNO 1.1 sert à déterminer les cyanates dans les échantillons aqueux.

La limite de détection rapportée est de 0,05 mg/l et le domaine d'application se situe entre 0,05 mg/l CNO et 20,0 mg/l CNO.

2. Principe et théorie

Les échantillons aqueux sont filtrés si nécessaire. Par la suite, les cyanates contenus dans l'échantillon sont séparés par une colonne échangeuse d'ions à l'aide d'un éluant approprié. Le temps de rétention diffère pour chacun des anions, ce qui permet leur identification et leur dosage. Ils sont dosés à l'aide d'un détecteur conductivimétrique et la conductivité mesurée est proportionnelle à la concentration de cyanates dans l'échantillon.

3. Interférence

Une concentration élevée de n'importe quel ion provoque un étalement du pic au détriment du pic voisin. Tout anion qui a un temps de rétention voisin de l'anion déterminé provoque une interférence.

4. Prélèvement et conservation

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre. Ajouter du NaOH jusqu'à l'obtention d'un pH > 12. Conserver à environ 4 °C.

Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 14 jours.

5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce qui figurent ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre informatif. **Un modèle équivalent d'un autre fabricant peut également être utilisé.**

- 5.1 Chromatographe ionique, incluant une boucle d'injection, une colonne, une précolonne, un supprimeur, un échantillonneur et un détecteur conductivimétrique.

6. Réactifs et étalons

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indications contraires.

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

À moins d'indications contraires, les solutions préparées peuvent se conserver indéfiniment à la température ambiante. Cependant, elles doivent être refaites si un changement de couleur est noté ou s'il y a formation d'un précipité.

- 6.1. Bicarbonate de sodium, NaHCO_3 (CAS n° 144-55-8)
- 6.2. Carbonate de sodium anhydre, Na_2CO_3 (CAS n° 497-19-8)
- 6.3. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)
- 6.4. Cyanate de potassium, KCNO (CAS n° 590-28-3)
- 6.5. Solution d'hydroxyde de sodium 10 N

Peser exactement environ 40 g de NaOH et dissoudre dans environ 50 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter à 100 ml avec de l'eau.

- 6.6. Solution mère d'éluant de carbonate de sodium 0,5 M et de bicarbonate de sodium 0,0556 M

Peser exactement environ 52,98 g de Na_2CO_3 et 4,667 g de NaHCO_3 , dissoudre dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

- 6.7. Solution d'éluant de carbonate de sodium 0,0027 M et de bicarbonate de sodium 0,0003 M

Verser 10,8 ml de la solution mère d'éluant de carbonate de sodium 0,5 M et de bicarbonate de sodium 0,0556 M dans un ballon de 2 000 ml et compléter avec de l'eau.

- 6.8. Solution mère de cyanates de 1 000 mg/l CNO

Peser exactement environ 0,1932 g de KOCN et dissoudre dans environ 80 ml d'eau. Ajouter 6 gouttes de la solution de NaOH 10 N et compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an à 4 °C.

- 6.9. Solutions étalons de cyanates de 0, 0,5, 3, 5, 10 et 20 mg/l CNO

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes 0, 0,05, 0,3, 0,5, 1 et 2 ml de la solution mère de cyanates de 1 000 mg/l CNO, ajouter 6 gouttes de la solution de NaOH 10 N et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions se conservent un mois à 4 °C.

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie* (document DR-12-SCA-01) sont suivies afin de s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments d'assurance et de contrôle 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 des échantillons

Filtrer sur membrane 0,8 μm si nécessaire.

7.2 Dosage

Les échantillons sont dosés par chromatographie ionique selon les conditions suivantes :

Boucle d'injection :	50 µl
Précolonne :	HPIC AG12A
Colonne :	HPIC AS12A
Suppresseur :	Dionex ASRS
Éluant :	Solution de carbonate de sodium 0,0027 M et de bicarbonate de sodium 0,0003 M
Débit de l'éluant :	1,2 ml par minute
Détecteur :	Conductivité

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 cyanates.

8. Calcul et expression des résultats

La courbe d'étalonnage (courbe quadratique) est tracée à partir des surfaces des pics et des concentrations des solutions étalons. Les résultats des cyanates sont obtenus directement du microordinateur.

La concentration des cyanates dans un échantillon aqueux, exprimée en milligramme par litre (mg/l) de CNO, est déterminée comme suit :

$$C = A \times F$$

où

- C : concentration des cyanates contenus dans l'échantillon (mg/l CNO);
- A : concentration des cyanates contenus dans la solution dosée (mg/l CNO);
- 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 de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à la solution étalon ayant la concentration la plus faible.
- 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 des étalons de vérification ne doivent pas varier de plus de 15 %.
- Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicatas ou des répliqués ne doivent pas différer de plus de 10 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
- Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 80 % et 120 %.

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.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of water and wastewater*.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01. Disponible au http://www.ceaeg.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. Disponible au http://www.ceaeg.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf.



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

Québec

