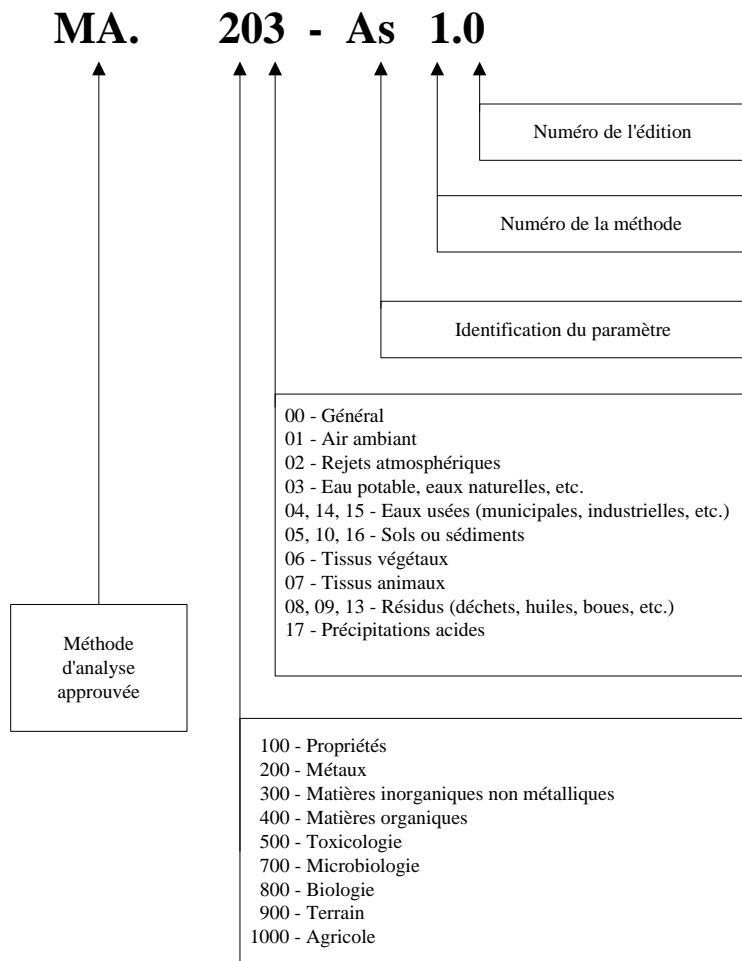


MA. 403 – NTA 1.0
Édition : 2003-02-11
Révision : 2009-05-21 (4)

Méthode d'analyse
Détermination de l'acide nitrilotriacétique :
dosage par chromatographie en phase gazeuse
couplée à un spectromètre de masse

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination de l'acide nitrilotriacétique : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse. MA. 403 – NTA 1.0, Rév. 4, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2009, 10 p.

TABLE DES MATIÈRES

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

INTRODUCTION

L'acide nitrilotriacétique (NTA) est un agent chélateur important. Il est utilisé principalement dans les détergers pour remplacer les phosphates, dont l'utilisation est réglementée.

L'eau potable est considérée comme le principal apport de NTA chez l'homme. Les études sur la toxicité aiguë et subchronique d'une dose unique de NTA indiquent que son degré de toxicité est très faible. Toutefois, des recherches récentes ont montré que des effets cancérigènes peuvent se reproduire dans les voies urinaires des rongeurs.

Des études montrent que des concentrations de NTA de 0,5 mg/l dans l'eau potable ne présentent qu'un risque négligeable pour l'homme. Les concentrations de NTA supérieures à cette valeur, bien qu'elles présentent peu de risques pour l'homme, dénotent des lacunes dans le traitement des eaux usées, qui peuvent conduire à d'autres problèmes de pollution.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer l'acide nitrilotriacétique dans l'eau potable et les eaux de surface. Le domaine d'application se situe entre 10 µg/l et 800 µg/l de NTA.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

L'échantillon est asséché, l'acide nitrilotriacétique est estérifié à l'aide d'une solution de trifluorure de bore dans le méthanol. Le NTA est ensuite extrait au chloroforme à un pH de 7,0, puis analysé par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*.

Les données de validation et de performance méthodologique sont disponibles dans les documents qualité de la division de chimie organique

3.1. INTERFÉRENCE

Les interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les solvants, les réactifs, la verrerie ou les appareils de préparation. Tous les solvants, les réactifs et les appareils doivent être régulièrement vérifiés par l'analyse de solutions témoins.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de 100 ml en plastique de polyéthylène, de polypropylène, de PVC ou de téflon. Conserver l'échantillon 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. Chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent Instruments, modèle 6890, couplé à un spectromètre de masse, modèle 5973N, et un injecteur automatique.
- 5.2. Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 30 m × 0,25 mm de type HP-5 MS, dont la phase est d'une épaisseur de 0,25 µm
- 5.3. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg
- 5.4. Système d'évaporation sous jet d'argon
- 5.5. Bain de sable
- 5.6. Étuve à 105 °C

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou l'équivalent. Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S., à moins d'indication contraire. L'eau utilisée est de l'eau déminéralisée, traitée sur charbon activé et sur résine libre de matières organiques.

- 6.1. Chloroforme, CHCl₃ (CAS n° 67-66-3)
- 6.2. Acide nitrilotriacétique, N(CH₂CO₂H)₃ (CAS n° 139-13-9)
- 6.3. 2,4-D-d₃ C₈H₃Cl₂O₃-d₃ (n° CAS non disponible)
- 6.4. Trifluorure de bore dans le méthanol (14 % p/p), BF₃/MeOH (CAS n° 373-57-9)
- 6.5. Phosphate de potassium monobasique, KH₂PO₄ (CAS n° 7778-77-0)
- 6.6. 1,3,5 Tribromobenzène, C₆H₃Br₃ (CAS n° 626-39-1)
- 6.7. Solution commerciale de 2,3,3',4,6-pentachlorobiphényl, C₁₀H₃Cl₅, 100 mg/l (CAS n° 74472-35-8)
- 6.8. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)

6.9. Solution tampon de phosphate de potassium monobasique 1,0 M à pH 7,0

Dissoudre 13,6 g de phosphate de potassium monobasique dans 100 ml d'eau, ajuster le pH à 7,0 avec l'hydroxyde de sodium.

6.10. Solution étalon de 1,3,5 tribromobenzène de 100 mg/l

Utiliser une solution commerciale ou la préparer comme suit : dissoudre 0,0100 g de 1,3,5 tribromobenzène dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.11. Solution étalon marquée de 2,4-D-d₃ de 100 mg/l

Utiliser une solution étalon commerciale ou la préparer comme suit : dissoudre 0,0100 g de 2,4-D-d₃ dans environ 80 ml de méthanol et compléter à 100 ml avec du méthanol.

6.12. Solution étalon d'injection de 1,3,5-tribromobenzène de 1,5 mg/l et de pentachlorobiphényle de 1,5 mg/l

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide d'une pipette 0,75 ml de la solution étalon de 1,3,5-tribromobenzène de 100 mg/l (cf. 6.10) et de 0,75 ml d'une solution commerciale de pentachlorobiphényle de 100 mg/l (cf. 6.7) et compléter au trait de jauge avec de l'acétate d'éthyle.

6.13. Solution étalon de dérivation de 1 250 µg/l

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes 1,250 ml de la solution mère de 2,4-D-d₃ (cf. 6.11) et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

6.14. Solution étalon d'acide nitrilotriacétique de 100 mg/l pour les ajouts

Dissoudre 10,0 mg de NTA dans 100 ml d'eau.

6.15. Solution étalon d'acide nitrilotriacétique de 5 mg/l

Pipeter 5 ml de la solution de NTA 100 mg/l (cf. 6.14) dans une fiole de 100 ml d'eau.

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 afin de 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

- Préparer les échantillons et les solutions étalons selon le tableau suivant.

Dans tubes 10 ml jetables	Volume initial ml	Ajout NTA 5 ppm µl
Blanc	5	0
Étalon 10 ppb	5	10
Étalon 25 ppb	5	25
Étalon 50 ppb	5	50
Étalon 75 ppb	5	75
Étalon 100 ppb	5	100
Étalon 150 ppb	5	150
Étalon 200 ppb	5	200
échantillon	5	
échantillon + ajout	5	ajout
CQ	5	

- Amener les tubes à sec dans un four à environ 100 °C (Les échantillons devraient être à sec le lendemain).
- Si l'analyse ne peut être menée à terme, conserver les échantillons secs à la température ambiante jusqu'à l'estérification.

7.2. ESTÉRIFICATION

- Ajouter 100 µl de la solution étalon de dérivation (cf. 6.13).
- Ajouter 1 ml de la solution commerciale de BF₃/MeOH (cf. 6.4).
- Sceller les tubes. Chauffer à 100 °C pendant 2 heures à l'aide du bain de sable.
- Laisser refroidir les tubes, ajouter 1 ml de chloroforme et 5 ml de la solution tampon de phosphate de potassium (cf. 6.9). Agiter pendant 1 minute et récupérer 0,70 ml de chloroforme.
- Évaporer à sec à l'aide d'un jet d'argon.

Note – Ne pas forcer le séchage car il y aura perte du 2,4 D.

- Dissoudre le résidu dans 100 µl de la solution étalon d'injection (cf. 6.12).

7.3. DOSAGE

- Analyser les solutions étalons et les échantillons par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse, en mode balayage de 42 à 350 amu.

Note – Pour connaître les conditions d’opération des différentes composantes de l’appareil, veuillez consulter le document de référence approprié dans la documentation qualité de la division de chimie organique.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les concentrations sont calculées en standard interne directement à partir de la courbe d’étalonnage.

Les résultats sont exprimés en µg/l de NTA d’après l’équation suivante.

$$D = A \times F$$

où

D : concentration du NTA contenu dans l’échantillon (µg/l);

A : concentration du NTA contenu dans l’extrait (µg/l);

F : facteur de dilution, si nécessaire.

9. CRITÈRES D’ACCEPTABILITÉ

Éléments de contrôle	Critères d’acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l’intérieur de l’intervalle de ± 2 écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle ou être à l’intérieur de l’intervalle : valeur attendue ± 30 %.
Duplicata	Les résultats sont acceptés à un écart de 30 % entre les deux valeurs.
Ajout dosé	Le résultat doit être à l’intérieur de l’intervalle : valeur attendue ± 25 %.
Étalon d’extraction	La récupération doit être supérieure à 50 % et inférieure à 130 %.
Blanc	Lorsqu’il y a un résultat positif, et jusqu’à concurrence de 10 fois la limite de détection, il sera soustrait du résultat des échantillons.
Solution étalon	Un écart de 30 % est accepté entre les valeurs de la nouvelle et de l’ancienne solution étalon.
Courbe d’étalonnage	$r \geq 0,9$.

10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, *Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité 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/lignesdir_sca01.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/dr12vmc.pdf>]

GOUVERNEMENT DU QUÉBEC, *Règlement sur la qualité l'eau potable*, Gazette officielle du Québec, Partie 2, Lois et règlements, 1^{er} mai 2009.

[<http://www.mddep.gouv.qc.ca/eau/potable/brochure/index.htm>]

D.T. WILLIAMS, F. BENOÎT, K. MUZIKA and R. O'GRADY. *J. of Chromatography*, 136 (1977) 423-427.

S.T. TIKKA, M. SILLANPAA and J. RAMO. *J. Environ. Anal. Chem.*, 77(3), (2000) 221-232.