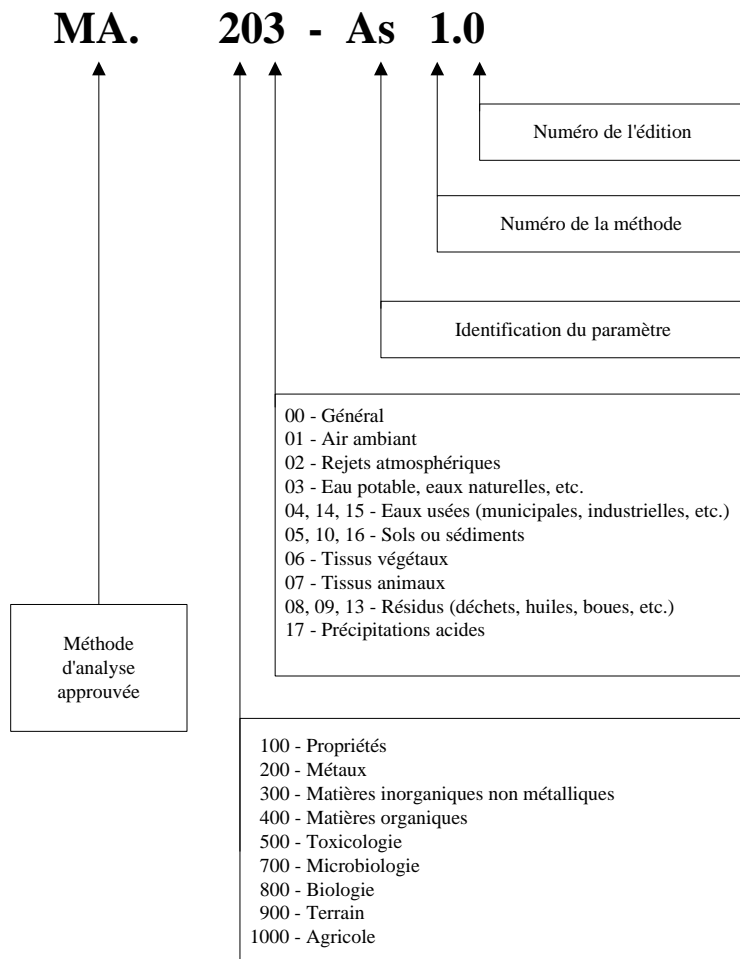


MA. 315 – CNO 1.1
Édition : 2005-02-01
Révision : 2006-10-26 (1)

Méthode d'analyse
Détermination des cyanates dans les effluents :
méthode par chromatographie ionique

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 des cyanates dans les effluents : méthode par chromatographie ionique.
MA. 315 – CNO 1.1, Rév. 1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement
et des Parcs du Québec, 2006, 9 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. FIABILITÉ	5
3.1. Interférence	5
3.2. Limite de détection	5
3.3. Limite de quantification	5
3.4. Sensibilité	6
3.5. Fidélité	6
3.6. Justesse	6
3.7. Pourcentage de récupération	6
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	8
7.1. Préparation des échantillons	8
7.2. Dosage	8
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	8
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	9
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	9
10. BIBLIOGRAPHIE	9

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

Cette méthode sert à déterminer les cyanates dans les échantillons aqueux.

Le domaine d'application se situe entre 3,0 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. FIABILITÉ

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

3.1. 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.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 0,015 mg/l CNO. D'une façon pratique, la limite de détection rapportée est de 3,0 mg/l CNO.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 0,05 mg/l CNO.

3.4. SENSIBILITÉ

La pente obtenue lors de l'étalonnage est d'environ 0,13 unité.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Réplicabilité

La réplicabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de $\pm 0,01$ mg/l à une concentration de 0,10 mg/l.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de $\pm 0,5$ mg/l à une concentration de 9,9 mg/l.

3.6. JUSTESSE

Lors d'essai ($n = 10$) à une concentration de 9,3 mg/l, l'erreur relative a été de 7,1 % (justesse de 107,1 %) pour les cyanates.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, le taux de récupération des cyanates par cette méthode a été de 100 %.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre. Ajouter du NaOH jusqu'à $\text{pH} > 12$. Conserver à environ 4 °C.

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

5. **APPAREILLAGE**

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

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

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 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, 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

Dissoudre 40 g de NaOH (cf. 6.3) 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 0,05 M

Dissoudre 26,49 g de Na_2CO_3 (cf. 6.2) et 2,33 g de NaHCO_3 (cf. 6.1) dans environ 400 ml d'eau et compléter à 500 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

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 0,05 M (cf. 6.6) dans environ 1 600 ml d'eau et compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

6.8. Solution étalon de cyanates de 1 000 mg/l CNO

Dissoudre 0,1932 g de KOCN (cf. 6.4) dans environ 80 ml d'eau, ajouter 6 gouttes de la solution de NaOH 10 N (cf. 6.5) et compléter à 100 ml avec de l'eau.

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

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide de pipettes 0, 0,3, 0,5, 1 et 2 ml de la solution étalon de cyanates de 1 000 mg/l CNO (cf. 6.8), ajouter 6 gouttes de la solution de NaOH 10 N (cf. 6.5) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions se conservent 1 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 », 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 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 :	Dionex AG12A
Colonne :	Dionex AS12A
Suppresseur :	Dionex ASRS-ULTRA-II
Éluant :	Solution de carbonate de sodium 0,0027 M et de bicarbonate de sodium 0,0003 M (cf. 6.7)
Débit de l'éluant :	1,5 ml/min
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

Les résultats d'analyse sont obtenus à l'aide d'un système informatisé de traitement de données.

La concentration des cyanates en mg/l est déterminée d'après l'équation suivante :

$$C = A \times F$$

où

- C : concentration des cyanates contenus dans l'échantillon (mg/l CNO);
- A : concentration des cyanates contenu dans l'échantillon dosé (mg/l CNO);
- F : facteur de dilution de la solution dosée, si nécessaire.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis dans le document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Pour les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères sont définis par le responsable désigné.

Les résultats des duplicata et des répliqués ne doivent pas varier de plus de 10 %.

Le pourcentage de récupération des ajouts dosés doit être entre 80 % et 120 %.

Le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à la solution étalon ayant la concentration la plus faible.

Les résultats des étalons de vérification ne doivent pas varier de plus de 15 %.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of water and wastewater, 21st Edition, 2005.

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 de l'Environnement du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.