

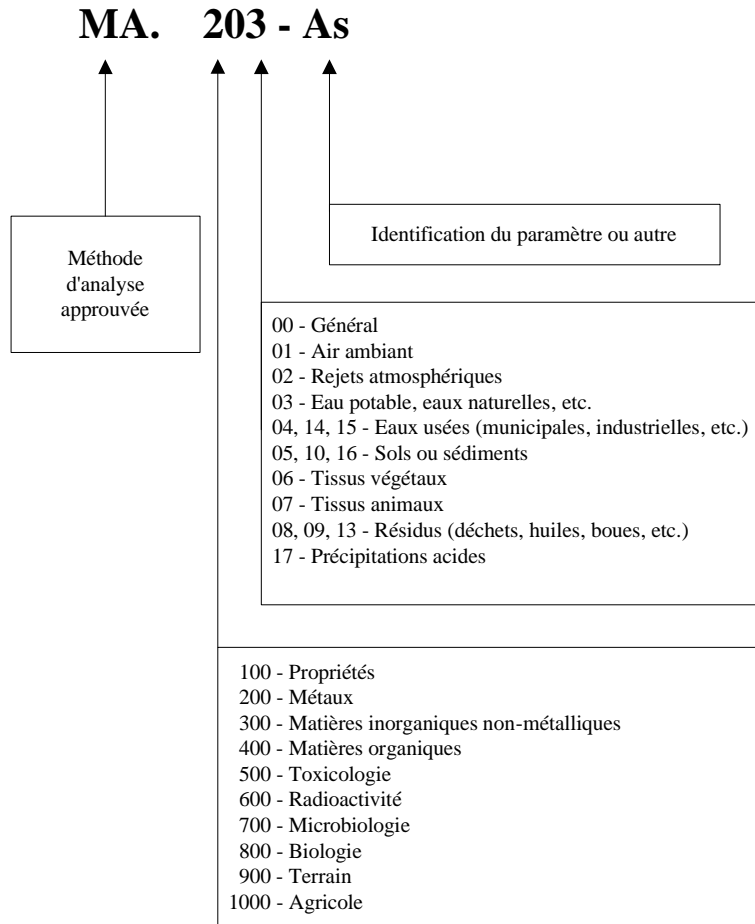
Méthode d'analyse



MA. 300 – Ions 1.3

Détermination des anions : méthode par chromatographie ionique

Comment fonctionne la codification?



Note – Les méthodes publiées avant le 14 janvier 2014 ont deux chiffres à la fin de la codification de la méthode (ex. : MA. 203 – As 3.4). Le premier chiffre désigne le numéro de la méthode (3) et le deuxième chiffre désigne le numéro de l'édition (4).

Référence à citer :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination des anions : méthode par chromatographie ionique, MA. 300 – Ions 1.3, Rév. 3,
Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements
climatiques du Québec, 2014, 18 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@mddelcc.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2014

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	6
3. INTERFÉRENCE	7
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	7
5. APPAREILLAGE	7
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	12
7.1. Préparation de l'échantillon	12
7.1.1. Échantillon aqueux	12
7.1.2. Échantillon solide	13
7.1.3. Échantillon de filtre pour l'air ambiant	14
7.2. Dosage	14
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	15
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	15
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	17
10. BIBLIOGRAPHIE	18

INTRODUCTION

La chromatographie ionique permet de doser simultanément plusieurs anions. Cette méthode permet de quantifier les bromures, les chlorures, les nitrites, les nitrates et les sulfates. En plus de permettre le dosage de ces anions dans les liquides, les solides et l'air, cette méthode permet de déterminer de la quantité d'halogènes totaux, d'halogènes organiques et de soufre dans les échantillons d'huile.

Les principales sources de chlorures sont les effluents d'usine qui utilisent des agents de blanchiment et les usines utilisatrices de produits chlorés. Les bromures sont principalement utilisés dans l'industrie comme retardateur de flammes qui sont ajoutés dans les isolants, les matières plastiques et les textiles. Les nitrates et nitrites se trouvent principalement dans les engrais. Les sulfates se trouvent dans les effluents industriels des tanneries, des usines de pâtes et papiers, des usines textiles et dans les effluents de certaines usines de traitement des métaux.

Les sulfates se trouvent également dans le secteur du ciment et de la chaux. Pour la vérification de l'article 58 du Règlement sur l'assainissement de l'atmosphère, une méthodologie a été élaborée et une analyse des sulfates est exigée dans les attestations d'assainissement.

L'analyse des anions est exigée dans les règlements suivants : Règlement sur l'assainissement de l'atmosphère, Règlement sur les attestations d'assainissement en milieu industriel, Règlement sur le captage des eaux souterraines, Règlement sur les déchets solides, Règlement sur l'enfouissement des sols contaminés, Règlement sur les fabriques de pâtes et papiers, Règlement sur les matières dangereuses, Règlement sur la protection et la réhabilitation des terrains et Règlement sur la qualité de l'eau potable.

Cette méthode est tirée du document intitulé *Standard Methods for the examination of Water and Wastewater*.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est utilisée pour la détermination des bromures, des chlorures, des composés de soufre réduits, du dioxyde de soufre, des nitrates, des nitrites et des sulfates dans les échantillons aqueux, des bromures, des chlorures et des sulfates extractibles dans les échantillons solides, des nitrates et des nitrites lixiviés et des nitrates et des sulfates dans les particules contenues sur les filtres provenant d'échantillonneur d'air à grand débit.

Les limites de détection rapportées et les domaines d'application pour chacun des ions sont indiqués dans les tableaux suivants. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées aux échantillons avant le dosage.

Échantillons aqueux :

Anion	Limite de détection rapportée (mg/l)	Domaine d'application (mg/l)
Bromures	0,10	0,10 à 20
Chlorures	0,05	0,05 à 20
Composés de soufre réduits	0,05	0,05 à 40
Dioxyde de soufre	0,05	0,05 à 27

Anion	Limite de détection rapportée (mg/l)	Domaine d'application (mg/l)
Nitrates	0,05	0,05 à 10
Nitrites	0,05	0,05 à 20
Sulfates	0,15	0,15 à 40

Échantillons solides :

Anion	Limite de détection rapportée (mg/kg)	Domaine d'application (mg/kg)
Bromures disponibles	1,0	1,0 à 200
Chlorures disponibles	2,0	2,0 à 200
Sulfates disponibles	2,0	2,0 à 400

Échantillons solides lixiviés :

Anion	Limite de détection rapportée (mg/l)	Domaine d'application (mg/l)
Nitrates lixiviés	10	10 à 1000
Nitrites lixiviés	10	10 à 2000

Échantillons d'air ambiant :

Anion	Limite de détection rapportée ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Domaine d'application ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
Nitrates	0,07	0,07 à 14
Sulfates	0,06	0,06 à 13

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Les échantillons aqueux sont filtrés si nécessaire. Pour la détermination des sulfates dans les échantillons provenant de l'industrie du ciment et de la chaux, une extraction à l'acide chlorhydrique est faite pour dissoudre les sulfates. Pour les autres échantillons solides, une extraction à l'eau est faite afin de dissoudre les anions extractibles. Pour les nitrates et nitrites lixiviés, l'extraction est faite avec le tampon de lixiviation tel qu'il est indiqué dans le Règlement sur les matières dangereuses.

Dans le cas des rejets à l'atmosphère, le dioxyde de soufre et les composés de soufre réduits sont captés dans une solution de peroxyde d'hydrogène. Les deux paramètres sont échantillonnés séparément et l'espèce trouvée dans le barboteur est le sulfate. Les chlorures sont captés dans un barboteur contenant de l'eau.

Pour les filtres provenant d'échantillonneur d'air à grand débit, les nitrates et les sulfates dans les particules retenues sur le filtre sont extraits à l'eau.

Par la suite, les anions 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 de les identifier et de les doser. Ils sont dosés à l'aide d'un détecteur

conductivimétrique et la conductivité mesurée est proportionnelle à la concentration de l'anion 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. Les acides organiques de faible poids moléculaire interfèrent lors de la détermination des chlorures. Les bisulfates et les oxalates interfèrent avec les sulfates.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre. Aucun agent de préservation n'est ajouté. Conserver les échantillons **en réfrigérant entre 0 °C et 6 °C**.

Les échantillons doivent être conservés (en fonction de la matrice et du règlement) selon les recommandations décrites dans le *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale* du site Internet du CEAEQ.

Pour les échantillons aqueux, le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 48 heures pour les nitrites et les nitrates et 28 jours pour les autres paramètres.

Pour le dioxyde de soufre et les composés de soufre réduits, ajouter du peroxyde d'hydrogène de façon à avoir une concentration finale de peroxyde de 3 % dans l'échantillon. Conserver **les échantillons en réfrigérant entre 0 °C et 6 °C**. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

Pour les échantillons solides, le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction des anions extractibles ne doit pas excéder 1 mois. Le délai de conservation entre l'extraction et le dosage ne doit pas excéder 28 jours pour les autres paramètres.

Pour les filtres utilisés pour l'échantillonnage des particules dans l'air, le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 1 an. Le délai de conservation entre l'extraction et le dosage ne doit pas excéder 7 jours.

5. APPAREILLAGE

- 5.1. Chromatographe ionique incluant une boucle d'injection, une colonne, une précolonne, un suppresseur, un échantillonneur et un détecteur conductivimétrique.
- 5.2. Bain à ultrasons.
- 5.3. Agitateur mécanique (environ 280 oscillations par minute).

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS. 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 de précipité.

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2. Bicarbonate de sodium, NaHCO₃ (CAS n° 144-55-8)
- 6.3. Bromure de potassium, KBr (CAS n° 7758-02-3)
- 6.4. Carbonate de sodium anhydre, Na₂CO₃ (CAS n° 497-19-8)
- 6.5. Chlorure de sodium, NaCl (CAS n° 7647-14-5)
- 6.6. Fluorure de sodium, NaF (CAS n° 7681-49-4)

NOTE – Cette solution n'est pas essentielle pour la préparation des solutions étalons. Le fluorure est analysé à l'occasion par chromatographie ionique uniquement pour évaluer la concentration de fluorure. Les détails concernant le dosage des fluorures sont donnés dans le document MA. 300 – F 1.2, intitulé *Détermination des fluorures : méthode colorimétrique après distillation.*

- 6.7. Nitrate de potassium, KNO₃ (CAS n° 7757-79-1)
- 6.8. Nitrite de sodium, NaNO₂ (CAS n° 7632-00-0)
- 6.9. Sulfate de sodium, Na₂SO₄ (CAS n° 7757-82-6)
- 6.10. Chloroforme (CAS n° 67-66-3)
- 6.11. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)
- 6.12. Solution d'acide chlorhydrique 1 N

Verser 83 ml d'acide chlorhydrique concentré (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

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

Peser précisément environ 52,98 g de Na₂CO₃ (cf. 6.4) et 4,667 g de NaHCO₃ (cf. 6.2) et dissoudre dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

- 6.14. 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 (cf. 6.13) dans un ballon de 2 000 ml et compléter avec de l'eau.

- 6.15. Solution mère d'éluant de carbonate de sodium 0,25 M et de bicarbonate de sodium 0,28 M pour l'analyse des anions dans l'air ambiant

Peser précisément environ 23,325 g de Na_2CO_3 anhydre (cf. 6.4) et 23,525 g de NaHCO_3 (cf. 6.2) et dissoudre dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

- 6.16. Solution de carbonate de sodium 0,0025 M et de bicarbonate de sodium 0,0028 M pour l'air ambiant

Diluer 20,0 ml de la solution mère d'éluant de carbonate de sodium 0,25 M et de bicarbonate de sodium 0,28 M pour les anions (cf. 6.15) dans environ 1 600 ml d'eau et compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

- 6.17. Solution mère de bromures de 10 000 mg/l Br

Utiliser une solution commerciale ou peser précisément environ 2,979 g de KBr (cf. 6.3) préalablement séché à 105 °C pendant une heure et dissoudre dans environ 150 ml d'eau et compléter à 200 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois ans à la température ambiante.

- 6.18. Solution mère de chlorures de 10 000 mg/l Cl

Utiliser une solution commerciale ou peser précisément environ 3,298 g de NaCl (cf. 6.5) préalablement séché à 105 °C pendant une heure et dissoudre dans environ 150 ml d'eau et compléter à 200 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois ans à la température ambiante.

- 6.19. Solution mère de fluorures de 1 000 mg/l F

Utiliser une solution commerciale ou peser précisément environ 0,553 g de NaF (cf. 6.6) préalablement placé au dessiccateur pendant une nuit et dissoudre dans environ 200 ml d'eau et compléter à 250 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois ans à la température ambiante.

- 6.20. Solution mère de nitrates de 10 000 mg/l $\text{NO}_3\text{-N}$

Utiliser une solution commerciale ou peser précisément environ 14,436 g de KNO_3 (cf. 6.7) préalablement séché à 105 °C pendant une heure et dissoudre dans environ 150 ml d'eau et compléter à 200 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois ans à la température ambiante.

- 6.21. Solution mère de nitrites de 10 000 mg/l $\text{NO}_2\text{-N}$

Utiliser une solution commerciale ou peser précisément environ 9,840 g de NaNO_2 (cf. 6.8) préalablement placé au dessiccateur pendant une nuit et dissoudre dans environ

150 ml d'eau. Ajouter 0,4 ml de chloroforme (cf. 6.10) pour préserver et compléter à 200 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an à environ 4 °C.

6.22. Solution mère de sulfates de 10 000 mg/l SO₄

Utiliser une solution commerciale ou peser précisément environ 2,960 g de Na₂SO₄ (cf. 6.9) préalablement séché à 105 °C pendant une heure et dissoudre dans environ 150 ml d'eau et compléter à 200 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois ans à la température ambiante.

6.23. Solutions étalons

Préparer les solutions étalons STD-1, STD-2, STD-3, STD-4 et STD-5 à partir des solutions de 1 000 mg/l ou 10 000 mg/l précédentes, de façon que les concentrations finales soient celles indiquées dans le tableau suivant.

Solution étalon	F (mg/l)	Cl (mg/l)	NO ₂ (mg/l N)	Br (mg/l)	NO ₃ (mg/l N)	SO ₄ (mg/l)
STD-5	10	20	20	20	10	40
STD-4	5	10	10	10	5	20
STD-3	2	4	4	4	2	8
STD-2	1	2	2	2	1	4
STD-1	0,1	0,2	0,2	0,2	0,1	0,4

Ces solutions se conservent un an à environ 4 °C.

6.24. Solution intermédiaire combinée

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide de pipettes, 2,0 ml des solutions étalons de chlorures de 10 000 mg/l (cf. 6.18), de nitrites de 10 000 mg/l N (cf. 6.21) et de bromures de 10 000 mg/l (cf. 6.17), 1,0 ml de la solution étalon de nitrates de 10 000 mg/l NO₃-N (cf. 6.20) et 10,0 ml de la solution étalon de fluorures de 1 000 mg/l (cf. 6.19) et 4,0 ml de la solution étalon de sulfates de 10 000 mg/l (cf. 6.22) dans environ 100 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve un an à environ 4 °C.

6.25. Solution étalon combinée STD-5

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 50 ml de la solution intermédiaire combinée (cf. 6.24) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.26. Solution étalon combinée STD-4

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 25 ml de la solution intermédiaire combinée (cf. 6.24) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.27. Solution étalon combinée STD-3

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution intermédiaire combinée (cf. 6.24) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.28. Solution étalon combinée STD-2

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 50 ml de la solution étalon combinée STD-5 (cf. 6.25) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.29. Solution étalon combinée STD-1

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 5 ml de la solution étalon combinée STD-5 (cf. 6.25) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.30. Solutions étalons pour l'analyse des anions pour l'air ambiant

Préparer les solutions étalons **1R**, **2R**, **3R**, **4R** et **5R** à partir des solutions de 10 000 mg/l précédentes, de façon que les concentrations finales soient celles indiquées dans le tableau suivant.

Solution étalon	NO ₃ (mg/l N)	SO ₄ (mg/l)
5R	5	20
4R	2,5	10
3R	1	4
2R	0,2	0,8
1R	0,05	0,2

Ces solutions se conservent un **an** à **environ** 4 °C.

6.31. Solution intermédiaire combinée pour l'air ambiant

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide de pipettes, 0,5 ml de la solution étalon de nitrates de 10 000 mg/l NO₃-N (cf. 6.20) et 2 ml de la solution étalon de sulfates de 10 000 mg/l (cf. 6.22) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve un **an** à **environ** 4 °C.

6.32. Solution étalon combinée 5R pour l'air ambiant

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution intermédiaire combinée pour l'air ambiant (cf. 6.31) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.33. Solution étalon combinée 4R pour l'air ambiant

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 5 ml de la solution intermédiaire combinée pour l'air ambiant (cf.6.31) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.34. Solution étalon combinée 3R pour l'air ambiant

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 20 ml de la solution étalon combinée 5R pour l'air ambiant (cf. 6.32) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.35. Solution étalon combinée 2R pour l'air ambiant

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 20 ml de la solution étalon combinée 3R pour l'air ambiant (cf. 6.34) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.36. Solution étalon combinée 1R pour l'air ambiant

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 25 ml de la solution étalon combinée 2R pour l'air ambiant (cf. 6.35) dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, 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 (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

7.1.1. Échantillon aqueux

- Si l'échantillon contient des particules en suspension, filtrer sur une membrane de 0,8 µm.

7.1.2. Échantillon solide

7.1.2.1 Sulfates extractibles dans les matières premières provenant des industries du ciment et de la chaux

- Placer 5,0 g de d'échantillon préalablement séché à 105 °C dans une bouteille de polyéthylène. Utiliser une portion du solide ayant une granulométrie inférieure à 2 mm.
- Ajouter 50 ml de la solution de HCl 1N (cf. 6.12) de façon à obtenir un rapport solide : liquide de 1 : 10.
- Agiter lentement le contenu de la bouteille car il est possible qu'il y ait dégagement de gaz.
- Boucher la bouteille et agiter avec l'agitateur mécanique pendant 30 minutes à une vitesse d'environ 280 agitations par minute.

NOTE – Si la quantité d'échantillon n'est pas suffisante, un poids plus petit peut être utilisé. Le volume de la solution de HCl 1N (cf. 6.12) ajouté est alors ajusté en tenant compte du rapport solide : liquide de 1 : 10.

- Laisser décanter ou filtrer l'échantillon sur une membrane de 0,8 µm dans un délai de 24 heures après l'extraction.
- Diluer l'échantillon par un facteur de 20 avant d'injecter dans le chromatographe.

7.1.2.2 Anions extractibles pour les échantillons autres que ceux cités en 7.1.2.1

- Placer 10,0 g de d'échantillon préalablement séché à 105 °C dans une bouteille de polyéthylène. Utiliser une portion du solide ayant une granulométrie inférieure à 2 mm.
- Ajouter 100 ml d'eau de façon à obtenir un rapport solide : liquide de 1 : 10.
- **Boucher la bouteille et agiter avec l'agitateur mécanique pendant 30 minutes à une vitesse d'environ 280 agitations par minute.**

NOTE – Si la quantité d'échantillon n'est pas suffisante, un poids plus petit peut être utilisé. Le volume d'eau ajouté est alors ajusté en tenant compte du rapport solide : liquide de 1:10.

- Laisser décanter ou filtrer l'échantillon sur une membrane de 0,8 µm dans un délai de 24 heures après l'extraction.

7.1.2.3 Anions lixiviés

- Préparer l'échantillon et effectuer la lixiviation selon la procédure appropriée (voir méthode MA. 100 – lix.com. 1.1 intitulée *Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques*).
- Diluer l'échantillon par un facteur de 100 avant d'injecter dans le chromatographe.

7.1.3. Échantillon de filtre pour l'air ambiant

- À l'aide d'un poinçon, découper 4 rondelles de 37 mm de diamètre dans la partie exposée du filtre.
- Déposer ces rondelles dans un contenant de polyéthylène de 100 ml. Ajouter 50 ml d'eau et placer le couvercle de façon à ce que le contenant soit fermé hermétiquement.
- Placer le contenant dans un bain à ultrasons pendant 40 minutes sans chauffer tout en s'assurant que le niveau d'eau dans le bain soit supérieur à celui dans les contenants de polyéthylène.
- Retirer les contenants du bain et les agiter.
- Laisser décanter ou filtrer l'échantillon sur une membrane de 0,8 µm et doser les nitrates et les sulfates dans le filtrat dans un délai de 7 jours après l'extraction.

7.2. DOSAGE

L'étalonnage de l'instrument est réalisé en insérant les solutions étalons à chaque séquence d'analyse créée avec le logiciel Chromeleon.

Les anions sont dosés par chromatographie ionique selon les conditions suivantes.

Conditions chromatographiques pour l'air ambiant :

Volume d'injection : 175 µl
Précolonne : HPIC AG4A
Colonne : HPIC AS4A
Suppresseur : Dionex ASRS
Éluant : Solution de carbonate de sodium 0,0025 M et de bicarbonate de sodium 0,0028 M (cf. 6.16)
Débit de l'éluant : 2,0 ml/minute
Détecteur : Conductivité

Conditions chromatographiques pour les autres analyses :

Volume 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 (cf. 6.14)
Débit de l'éluant : 1,5 ml/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 anions.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les courbes d'étalonnages (courbes quadratiques) sont tracées à partir des surfaces des pics et des concentrations des solutions étalons.

Les résultats en mg/l sont obtenus directement du micro-ordinateur. Les résultats sont exprimés en mg/l pour les liquides, en mg/kg pour les solides et en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour l'air pour chacun des anions dosés.

La concentration des anions dans un échantillon aqueux exprimée en mg/l est déterminée comme suit :

$$C = A \times F$$

où

- C : concentration de l'anion dans l'échantillon (mg/l);
- A : concentration de l'anion dans la solution dosée (mg/l);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

La concentration en dioxyde de soufre dans l'échantillon exprimée en mg/l SO_2 est déterminée comme suit :

$$C = \frac{A \times 64 \times F}{96}$$

où

- C : concentration de dioxyde de soufre dans l'échantillon (mg/l SO_2);
- A : concentration de sulfate dans la solution dosée (mg/l);
- F : facteur de dilution, si nécessaire;
- 64/96 : rapport stœchiométrique entre le SO_2 et le SO_4 .

La concentration en composés de soufre réduits dans l'échantillon exprimée en mg/l SO_4^{-2} est déterminée comme suit :

$$C = A \times F$$

où

- C : concentration de composés de soufre réduits dans l'échantillon (mg/l SO_4^{-2});
- A : concentration de sulfate dans la solution dosée (mg/l);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

La concentration des anions dans un échantillon solide exprimée en mg/kg est déterminée comme suit :

$$C = A \times 10 \times F$$

où

- C : concentration de l'anion dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration de l'anion dans la solution dosée (mg/l);
- 10 : facteur entre le poids d'échantillon et le volume d'eau;
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

La concentration des nitrates dans l'air ambiant exprimée en $\mu\text{g}/\text{m}^3 \text{NO}_3$ est déterminée comme suit :

$$C = \frac{A \times 50 \times 1000 \times 10 \times 4,43 \times F}{1000 \times V}$$

où

- C : concentration des nitrates dans l'échantillon ($\mu\text{g}/\text{m}^3 \text{NO}_3$);
- A : concentration des nitrates dans la solution dosée (mg/l);
- V : volume d'air échantillonné (m^3);
- 50/1 000 : facteur pour le volume;
- 10 : facteur représentant la portion du filtre qui a été extraite (surface exposée/surface prélevée);
- 1 000 : facteur de conversion entre mg et μg ;
- 4,43 : facteur de conversion entre N et NO_3 ;
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

La concentration des sulfates dans l'air ambiant exprimée en $\mu\text{g}/\text{m}^3 \text{SO}_4$ est déterminée comme suit :

$$C = \frac{A \times 50 \times 1000 \times 10 \times F}{1000 \times V}$$

où

- C : concentration des sulfates dans l'échantillon ($\mu\text{g}/\text{m}^3 \text{SO}_4$);
- A : concentration des sulfates dans la solution dosée (mg/l);
- V : volume d'air échantillonné (m^3);
- 50/1 000 : facteur pour le volume;
- 10 : facteur représentant la portion du filtre qui a été extraite (surface exposée/surface prélevée);
- 1 000 : facteur de conversion entre mg et μg ;
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

Le volume d'air échantillonné en m³ est obtenu selon l'équation suivante :

$$V = [(D \times P) + I] \times T \times 60 \times 0,028317$$

où

- V : Volume échantillonné (m³);
- D : débit d'air lors de l'échantillonnage (pi³/min);
- P : pente obtenue lors de la calibration de l'échantillonneur;
- I : ordonnée obtenue lors de la calibration de l'échantillonneur;
- T : durée d'échantillonnage (heures);
- 60 : facteur de conversion entre minute et heure;
- 0,028317 : facteur de conversion entre pi³ et m³.

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 valeur indiquée dans le tableau suivant :

	Cl (mg/l)	NO ₂ (mg/l)	Br (mg/l)	NO ₃ (mg/l)	SO ₄ (mg/l)
Échantillons aqueux	0,2	0,2	0,2	0,1	0,4
Échantillons solides (cimenterie)	-	-	-	-	8,0
Échantillons solides (autres)	0,2	0,2	0,2	0,1	0,4
Échantillons lixiviés	-	20	-	10	-
Échantillons air ambiant	-	-	-	0,05	0,2

- 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 résultats des étalons de vérification ne doivent pas varier de plus de 15 %.
- Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicatas ou de répliqués des échantillons liquides ne doivent pas différer de plus de 10 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification et de 20 % pour les échantillons solides.
- Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 80 % et 120 % pour les liquides et entre 70 % et 130 % pour les solides.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT 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.

<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, *Détermination des fluorures : méthode colorimétrique après distillation*, MA. 300 – F1.2, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/MA300F12.pdf>

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, *Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques*, MA. 100 – Lix.com.1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante.

<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/MA100Lixcom11.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