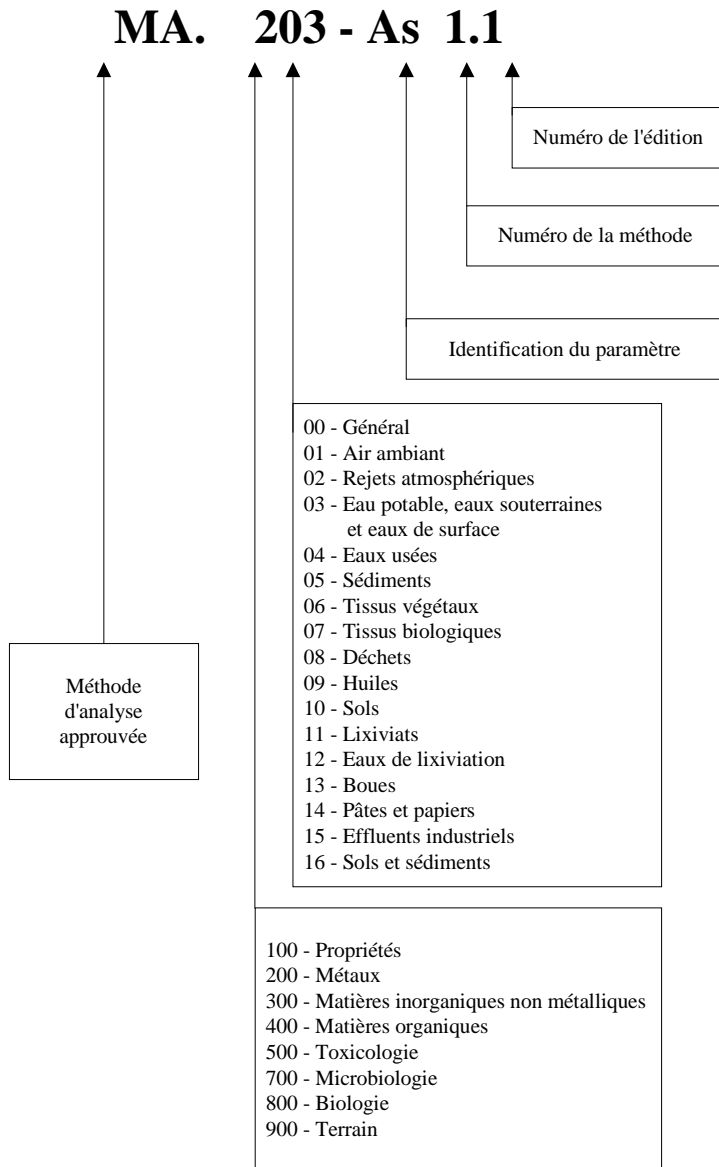


MA. 303 – Ions 2.0
Édition : 1999-03-02
Révision : 2001-06-19 (1)

Méthode d'analyse
Détermination des bromures;
Méthode par spectrométrie de masse
à source ionisante au plasma d'argon

Comment fonctionne la codification?



ÉDITION APPROUVÉE LE : 2 mars 1999

Historique de la méthode

Cette méthode a été écrite pour la détermination des bromures par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon dans les échantillons d'eau.

Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

**CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination des bromures - Méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon. MA. 303 – Ions 2.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2001,
11 p.**

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. FIABILITÉ	7
3.1. Interférence	7
3.2. Limite de détection	7
3.3. Limite de quantification	7
3.4. Sensibilité	8
3.5. Fidélité	8
3.6. Justesse	8
3.7. Pourcentage de récupération	8
4. CONSERVATION	8
5. APPAREILLAGE	8
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	8
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	10
7.1. Préparation de l'échantillon	10
7.2. Dosage	10
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	10
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	10
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	11
10. BIBLIOGRAPHIE	11

INTRODUCTION

Les bromures sont des ions que l'on trouve dans les eaux naturelles. Après traitement à l'aide d'un oxydant, les bromures peuvent former des bromates, qui sont toxiques pour l'homme.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des bromures dans les échantillons aqueux.

Le domaine d'étalonnage se situe entre 0,005 mg/l et 0,125 mg/l Br.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le dosage est effectué à l'aide d'un spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon (ICP-MS). L'échantillon est entraîné dans un plasma d'argon par l'intermédiaire d'une pompe péristaltique et d'un nébuliseur. Les bromures contenus dans l'échantillon sont atomisés et ionisés dans le plasma. Les ions produits sont introduits dans la chambre du spectromètre de masse où ils sont dirigés par une série de plaques métalliques chargées, séparés par un quadropôle, pour être finalement captés par un détecteur.

La concentration des bromures est déterminée par comparaison entre les quantités d'ions captés entre l'échantillon et des solutions étalons.

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

Les interférences les plus fréquentes en ICP-MS sont les interférences polyatomiques et isobariques (ions ou molécules dont la masse est la même que celle mesurée). Pour les bromures, il y a peu d'interférences de ce type.

Un autre type d'interférence est la quantité totale de solides dissous présents dans l'échantillon analysé. Elle ne doit pas dépasser environ 0,1 %. Des étalons internes sont ajoutés afin de s'assurer que la quantité de solides dissous n'est pas trop élevée.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 0,001 mg/l Br.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

Les limites de quantification est de 0,003 mg/l Br.

3.4. SENSIBILITÉ

La sensibilité obtenue lors de la calibration devrait être à environ de 0,02.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures (n = 10) a été de $\pm 0,001$ mg/l à une concentration de 0,056 mg/l Br.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures (n = 7) a été de $\pm 0,003$ mg/l à une concentration de 0,015 mg/l Br.

3.6. JUSTESSE

L'erreur relative d'une série de mesure (n = 7) a été de 2 % à une concentration de 0,080 mg/l Br.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essai (n = 3), le taux de récupération des bromures par cette procédure de dosage a été de 93 %.

4. CONSERVATION

Conserver l'échantillon dans un contenant de plastique ou de verre exempt de contaminants.

Aucun agent de préservation n'est nécessaire. Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

5. APPAREILLAGE

5.1. Spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon, muni d'un échantillonneur automatique

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S., à moins d'indication contraire.

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

6.1. Acide nitrique (CAS n° 7697-79-1)

6.2. Bromure de potassium, KBr (CAS n° 7758-02-3)

6.3. Solution étalon de bromures de 1 000 mg/l Br ou 10 000 mg/l Br

Dissoudre 1,4893 g (pour 1 000 mg/l) ou 14,893 g (pour 10 000 mg/l) de KBr (cf. 6.2) préalablement séché à 105 °C dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.4. Solution étalon de scandium de 1 000 mg/l Sc

6.5. Solution étalon de yttrium de 1 000 mg/l Y

6.6. Solution étalon de praséodymium de 1 000 mg/l Pr

6.7. Solution de rinçage d'acide nitrique 1 %

Dans un contenant de 1 litre jaugé, diluer 10 ml de HNO₃ (cf. 6.1) dans environ 700 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.8. Solution de standards internes de 1 mg/l en Sc, Y et Pr dans HNO₃ 1 %

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 1 ml des solutions étalons de scandium (cf. 6.4), d'yttrium (cf. 6.5) et de praséodymium (cf. 6.6) de 1 000 mg/l, et 10 ml de HNO₃ (cf. 6.1). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.9. Solutions étalons de bromures

Préparer une série de solutions étalons aux concentrations suivantes.

Solution étalon	Concentration (mg/l Br)
1	0,005
2	0,0125
3	0,050
4	0,125

Voici un exemple pour la préparation de ces solutions étalons.

Solution étalon de bromures de 12,5 mg/l

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire à l'aide de pipettes 12,5 ml de la solution de bromure de 1000 mg/l Br (cf. 6.3) dans environ 800 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Solutions étalons de 0,005, 0,0125, 0,050 et 0,125 mg/l

Dans une série de fioles jaugées de 50 ml, introduire à l'aide d'une micropipette, 20, 50, 200 et 500 µl de la solution étalon de 12,5 mg/l Br (cf. 6.3) dans environ 40 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 l'application des contrôles de la qualité en physico-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

L'échantillon est filtré s'il contient des solides en suspension.

7.2. DOSAGE

L'échantillon est analysé par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon.

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 métaux.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats d'analyse sont obtenus et traités par un système informatisé de traitement de données.

Les résultats des bromures exprimés en mg/l sont déterminés comme suit :

$$C = A \times F$$

où

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

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au 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 replica des échantillons aqueux ne doivent pas varier de plus de 0,005 mg/l si la concentration est inférieure à 10 fois la limite de quantification et 15 % si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement des composés d'intérêt dans la même plage de recouvrement acceptée pour une matrice donnée en fonction de l'historique des résultats obtenus pour l'analyse de cette matrice.

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

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-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.

HEWLETT PACKARD, HP 4500 Chem Station, Operator's Manual, Revision 3.2, 1996.

HEWLETT PACKARD, HP 4500 Application Handbook, Revision 1.1, 1996.