

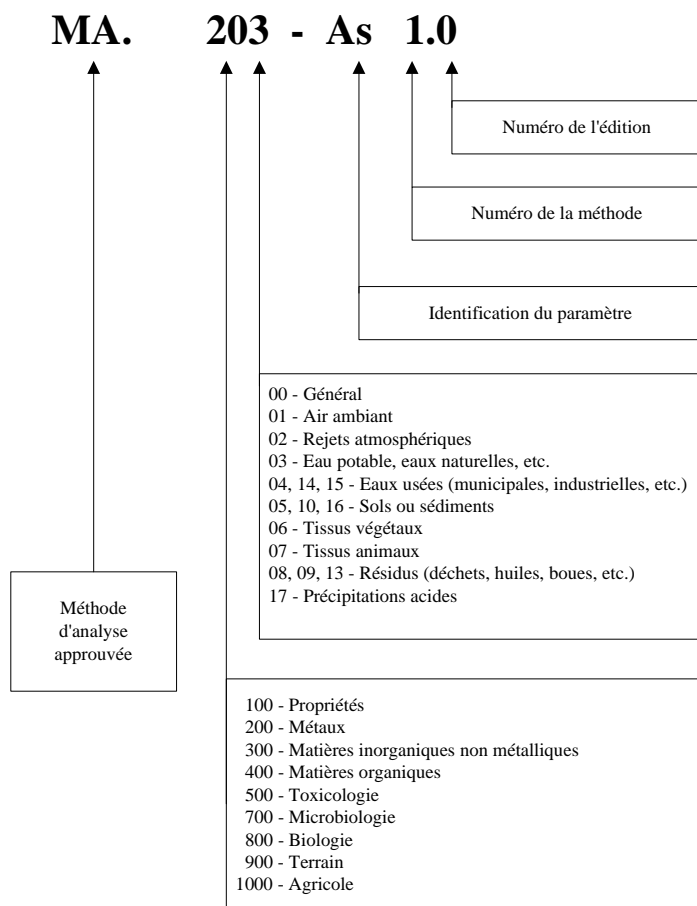
Méthode d'analyse



MA. 315 – CNO 1.1

Détermination des cyanates: 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: méthode par chromatographie ionique, MA. 315 – CNO 1.1, Rév. 3, Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 2012, 9 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@mddefp.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2012

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. INTERFÉRENCE	5
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	5
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	7
7.1. Préparation des échantillons	7
7.2. Dosage	7
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	7
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	8
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	8
10. BIBLIOGRAPHIE	8

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.

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

Les échantillons doivent être conservés (en fonction de la matrice et du règlement) selon les recommandations décrites à la section *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale* du site Internet du CEAEQ. Lorsqu'une matrice n'est couverte par aucun de ces cahiers, le CEAEQ peut donner l'information aux clients qui en font la demande.

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre. Ajouter du NaOH jusqu'à 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 supprimeur, 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 **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 (cf. 6.3) 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 (cf. 6.2) et **4,667** g de NaHCO_3 (cf. 6.1) et dissoudre dans environ **800** ml d'eau **et compléter à 1000** 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 (cf. 6.6) 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 (cf. 6.4) et dissoudre 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.

Cette solution se conserve 1 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 (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 :	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. 6.7)
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

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 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 contenu 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 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 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

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of water and wastewater*, 22th Edition, 2012.

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. *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]