

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,
DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,
DE LA FAUNE ET DES PARCS

Méthode d'analyse

MA. 303 – Ions 3.2

2023-04-18 (révision 5)

Détermination des anions en faible concentration
dans l'eau de consommation : méthode par
chromatographie ionique

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par la Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (DGCSCEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974
Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp
Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document :

Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs

675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7
Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2023
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN 978-2-550-94269-6 xxx (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec – 2023

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	2
4. Prélèvement et conservation	2
5. Matériel et appareillage	3
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	5
7.1 Préparation du matériel	5
7.2 Préparation de l'échantillon	5
7.3 Dosage	5
8. Calcul et expression des résultats	6
9. Critères d'acceptabilité	6
10. Bibliographie	7

Introduction

De nombreux anions, naturellement présents dans l'eau, peuvent être oxydés lors de la désinfection de l'eau brute, car les techniques de purification font appel à de puissants oxydants. C'est le cas de l'ion ammonium (NH_4^+), qui peut être transformé en nitrite (NO_2^-) et nitrate (NO_3^-), et du bromure (Br^-), qui s'oxyde en bromate (BrO_3^-) lors du procédé de désinfection de l'eau brute par ozonation. D'autres ions doivent leur présence à l'agent de désinfection utilisé, comme les ions chlorites (ClO_2^-) et chlorates (ClO_3^-), qui sont des sous-produits du traitement de l'eau au moyen du bioxyde de chlore.

Les organismes de protection de santé publique s'intéressent à la présence de sous-produits de la désinfection puisque certains sont considérés comme potentiellement cancérogènes chez l'humain.

1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 303 – Ions 3.2 permet de déterminer les anions bromate, bromure, chlorate, chlorite, nitrite et chlorure dans les eaux de consommation. On peut étendre le domaine d'application en effectuant les dilutions appropriées.

Anion	Formule	Limite inférieure (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)
Bromate	BrO_3^-	0,1	50
Bromure	Br^-	1	250
Chlorate	ClO_3^-	0,2	100
Chlorite	ClO_2^-	0,2	100
Nitrite	NO_2^-	2	100

2. Principe et théorie

La chromatographie ionique est utilisée pour doser les différents ions dans l'eau. En bref, un échantillon d'eau est injecté et entraîné par une solution de carbonate de sodium dans une colonne chromatographique. Les anions sont séparés en fonction de leur affinité relative pour le matériel de la colonne. Ils sont dosés à l'aide d'un détecteur conductivimétrique et sont identifiés à partir de leur temps de rétention. La conductivité mesurée est proportionnelle à la concentration de l'anion dans l'échantillon.

3. Interférence

Une concentration élevée d'un des anions provoque un étalement du pic correspondant au détriment du pic voisin. De plus, tout anion qui a un temps de rétention proche de celui d'un composé d'intérêt peut provoquer une interférence.

4. Prélèvement et conservation

Pour l'analyse des bromates, bromures et chlorates, un échantillon représentatif est prélevé dans un contenant de plastique (polyéthylène haute densité), auquel on ajoute 1,0 ml de l'agent de conservation par litre d'échantillon. Pour l'analyse des chlorites, il faut prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique opaque (polyéthylène haute densité) ou de verre ambré, et ajouter 1,0 ml de l'agent de conservation par litre d'échantillon. Dans le cas d'un échantillon d'eau embouteillée, lorsqu'il est reçu dans sa bouteille originale, c'est-à-dire non ouverte, l'ajout de préservatif n'est pas requis.

Les échantillons doivent être conservés à environ 4 °C.

Prélèvement	Agent de conservation	Délai d'analyse
Bromate, bromure, chlorate	Solution d'éthylène diamine	28 jours
Chlorite	Solution d'éthylène diamine	14 jours
Nitrite	Aucun	48 heures

5. Matériel et appareillage

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

- 5.1 Chromatographe ionique de marque Metrohm, modèle 881 Compact IC Pro ou modèle 930 Compact IC Flex
- 5.2 Détecteur de conductivité de marque Metrohm
- 5.3 Échantillonneur de marque Metrohm, modèle 858 Professional Sample Processor
- 5.4 Colonne de marque Metrohm (A Supp 7, 4 × 250 mm)
- 5.5 Précolonne de marque Metrohm (RP-2)
- 5.6 Logiciel MagIC Net de Metrohm

6. Réactifs et étalons

Lorsque l'utilisation de réactifs commerciaux de qualité particulière est nécessaire, une mention à cet effet est ajoutée après le nom du produit.

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

À moins d'indication contraire, les solutions peuvent être conservées à la température de la pièce.

- 6.1. Acide sulfurique, H₂SO₄ (CAS n° 7664-93-9)
- 6.2. Solution étalon commerciale de bromure de 1 000 mg/l
- 6.3. Solution étalon commerciale de bromate de 1 000 mg/l
- 6.4. Solution étalon commerciale de chlorate de 1 000 mg/l
- 6.5. Solution étalon commerciale de nitrate de 1 000 mg/l
- 6.6. Solution étalon commerciale de nitrite de 1 000 mg/l
- 6.7. Solution étalon commerciale de chlorure de 1 000 mg/l

- 6.8. Éthylène diamine, EDA (CAS n° 107-15-3)
- 6.9. Carbonate de sodium anhydre, Na₂CO₃ (CAS n° 497-19-8)
- 6.10. Solution d'acide sulfurique 100 mmol/l (solution régénératrice)

Dans une fiole jaugée de 2 000 ml contenant environ 1 000 ml d'eau ultrapure, ajouter 11,2 ml d'acide sulfurique concentré. Compléter à 2 000 ml avec de l'eau ultrapure.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

- 6.11. Solution d'éluant, 3,6 mM Na₂CO₃

Dans une fiole jaugée de 2 000 ml, ajouter environ 1 900 ml d'eau ultrapure et exactement 0,764 g de Na₂CO₃. Compléter à 2 000 ml avec de l'eau ultrapure. Dégazer l'éluant avec de l'hélium pendant environ 15 minutes.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

- 6.12. Solution de préservation d'éthylène diamine à 45 mg/l

Diluer 2,5 ml d'éthylène diamine pur dans 25 ml d'eau et compléter à 50 ml avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée un mois à 4 °C.

- 6.13. Solutions étalons intermédiaires

Dans des fioles jaugées, ajouter le volume des solutions étalons de 1 000 mg/l indiqué dans le tableau suivant. Il est possible d'utiliser seulement les anions nécessaires aux besoins d'analyse pour la préparation de la courbe. Compléter le volume avec de l'eau ultrapure et conserver dans un contenant opaque pour le protéger de la lumière.

Anion	Volume (ml)	Concentration finale (µg/l)	Volume de solution étalon 1 000 mg/l ajouté (ml)	Délai de conservation
Intermédiaire A	1 000			6 mois
Bromate		1 000	1	
Bromure		5 000	5	
Chlorate		2 000	2	
Intermédiaire B	100			2 semaines
Chlorite		2 000	0,2	
Intermédiaire C	100			1 mois
Nitrite		2 000	0,2	

6.14. Solutions étalons

Dans des fioles jaugées de 100 ml, ajouter les volumes suivants et compléter à 100 ml avec de l'eau ultrapure. Un blanc doit aussi être préparé avec l'EDA seulement. Les solutions peuvent être conservées 1 semaine.

	Volumes à ajouter (ml)			
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4
Solutions intermédiaires A, B et C	0,5	1,0	3,0	5,0
Solution commerciale de chlorure 1 000 mg/l	0,5	2,0	5,0	10,0
EDA	0,1	0,1	0,1	0,1

Concentration des anions dans les solutions étalons :

Anion	Concentration ($\mu\text{g/l}$)			
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4
Bromure	25	50	150	250
Bromate	5	10	30	50
Chlorite	10	20	60	100
Chlorate	10	20	60	100
Nitrite	10	20	60	100
Chlorure	5 000 (5 mg/l)	20 000 (20 mg/l)	50 000 (50 mg/l)	100 000 (100 mg/l)

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 garantir 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 du matériel

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse.

7.2 Préparation de l'échantillon

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse.

7.3 Dosage

Remplir le contenant de l'éluant avec la solution de carbonate de sodium 3,6 mM M. Remplir les contenants du supprimeur avec de l'eau ultrapure et l'acide sulfurique 100 mmol/l.

Placer les étalons, les blanc, les éléments de contrôle de la qualité et les échantillons dans l'échantillonneur automatique et entrer la séquence sur une feuille de travail à l'aide du logiciel. Choisir la méthode d'analyse des bromates par conductivité. L'étalonnage est effectué à chaque séquence d'analyse.

Régler l'appareil selon les caractéristiques suivantes :

- Boucle d'échantillonnage : 100 µl
- Débit de l'éluant : 0,7 ml/min
- Température de la colonne : 45 °C
- Temps d'analyse : 36 min
- Temps de rétention approximatif :

Anions	Bromure	Bromate	Chlorite	Chlorure	Chlorate	Nitrite
Temps (min)	14,5	10,4	9,79	11,40	19,8	14,5

Démarrer la séquence d'analyse.

8. Calcul et expression des résultats

Les résultats sont obtenus directement sur l'ordinateur à l'aide du logiciel et sont exprimés en µg/l. Le cas échéant, multiplier par le facteur de dilution. La courbe d'étalonnage est linéaire pour les concentrations prévues dans la méthode.

9. Critères d'acceptabilité

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts types.
Duplicata et réplcats	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplcat) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 10 %.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de détection.
Ajouts dosés	Le pourcentage de récupération doit être compris entre 80 % et 120 %.
Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur à 0,995.

Le chimiste peut valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

10. Bibliographie

NOTE – Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. *Standards Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 22nd edition, Method 4020-D.

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 de la Lutte contre les changements climatiques, 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 de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante, [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf].

**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 