

Méthode d'analyse

MA. 403 – NTA 1.0

2024-12-06 (Révision **1**)

Détermination de l'acide nitrilotriacétique :
dosage par chromatographie en phase
gazeuse couplée à un spectromètre de masse

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) 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/renseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
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 – 2025

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN : 978-2-555-00154-1 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2025

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	2
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	4
7.1 Préparation de l'échantillon	4
7.2 Estérification	5
7.3 Dosage	5
8. Calcul et expression des résultats	5
9. Critères d'acceptabilité	6
10. Bibliographie	6

Introduction

L'acide nitrilotriacétique (NTA) est un agent chélateur important. Il est utilisé principalement dans les détersifs pour remplacer les phosphates, dont l'utilisation est réglementée.

L'eau potable est considérée comme le principal apport de NTA chez l'homme. Les études sur la toxicité aiguë et subchronique d'une dose unique de NTA indiquent que son degré de toxicité est très faible. Toutefois, des recherches récentes ont montré que des effets cancérigènes peuvent se reproduire dans les voies urinaires des rongeurs.

Des études montrent que des concentrations de NTA de 0,5 mg/l dans l'eau potable ne présentent qu'un risque négligeable pour l'homme. Les concentrations de NTA supérieures à cette valeur, bien qu'elles présentent peu de risques pour l'homme, dénotent des lacunes dans le traitement des eaux usées, qui peuvent conduire à des problèmes de pollution.

1. Domaine d'application

Cette méthode sert à déterminer l'acide nitrilotriacétique (NTA) dans l'eau potable et les eaux de surface. Le domaine d'application se situe entre 5 µg/l et 1 500 µg/l de NTA.

Les données de validation et de performance méthodologique sont disponibles dans les documents qualité de la Division de chimie organique du milieu.

2. Principe et théorie

L'échantillon est asséché et le NTA est estérifié à l'aide d'une solution de trifluorure de bore dans le méthanol. Le NTA est ensuite extrait au chloroforme à un pH de 7,0, puis analysé par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse.

3. Interférence

Les interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les solvants, les réactifs, la verrerie ou les appareils de préparation. Tous les solvants, réactifs et appareils doivent être régulièrement vérifiés par l'analyse de solutions témoins.

4. Prélèvement et conservation

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de 100 ml en plastique de polyéthylène, de polypropylène, de PVC ou de téflon. Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 7 jours. Il est également possible de conserver les échantillons évaporés (à sec) à la température ambiante jusqu'à l'estérification pour une période maximale d'un mois.

5. Matériel et appareillage

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

- 5.1. Chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent
- 5.2. Colonne chromatographique capillaire de type HP-5 MS de 30 m de longueur et de 0,25 mm de diamètre, dont la phase est d'une épaisseur de 0,25 µm
- 5.3. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg
- 5.4. Système d'évaporation sous jet d'argon
- 5.5. Bain de sable
- 5.6. Étuve

6. Réactifs et étalons

Note – Le poids ou le volume indiqué est celui utilisé pour une substance dont le pourcentage de pureté est égal à 100. Tout écart de pourcentage peut être compensé par une correction du poids ou du volume indiqué. La concentration de la solution peut être ajustée en fonction de concentration commerciale différente.

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS ou de qualité équivalente ou supérieure, à moins d'indication contraire. Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou équivalent, HPLC ou LCMS.

L'eau utilisée est de l'eau **ultrapure**.

À moins d'indication contraire, tous les réactifs sont entreposés à la température de la pièce, alors que les étalons et matériaux de référence sont entreposés au congélateur. Les réactifs et les étalons peuvent être utilisés jusqu'à épuisement même si la date d'expiration est dépassée, à moins que les résultats analytiques démontrent une dégradation de la performance de la méthode et/ou que les critères d'acceptabilité ne soient plus respectés.

- 6.1. Chloroforme, CHCl_3 (CAS n° 67-66-3)
- 6.2. Acide nitrilotriacétique, $\text{N}(\text{CH}_2\text{CO}_2\text{H})_3$ (CAS n° 139-13-9)
- 6.3. 2,4-D- d_3 $\text{C}_8\text{H}_3\text{Cl}_2\text{O}_3\text{-d}_3$ (202480-67-9)
- 6.4. Trifluorure de bore dans le méthanol (14 % p/p), BF_3/MeOH (CAS n° 373-57-9)
- 6.5. Phosphate de potassium monobasique, KH_2PO_4 (CAS n° 7778-77-0)
- 6.6. 1,3,5-tribromobenzène, $\text{C}_6\text{H}_3\text{Br}_3$ (CAS n° 626-39-1)
- 6.7. Solution commerciale de 2,3,3',4,6-pentachlorobiphényle, $\text{C}_{10}\text{H}_3\text{Cl}_5$, 100 mg/l (CAS n° 74472-35-8)
- 6.8. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)
- 6.9. Solution tampon de phosphate de potassium monobasique 1,0 M à pH 7,0

Dissoudre 13,6 g de phosphate de potassium monobasique dans 100 ml d'eau, puis ajuster le pH à 7,0 avec l'hydroxyde de sodium.

- 6.10. Solution étalon de 1,3,5-tribromobenzène de 100 mg/l

Utiliser une solution commerciale ou la préparer comme suit : dissoudre 0,0100 g de 1,3,5-tribromobenzène dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

- 6.11. Solution étalon marquée de 2,4-D- d_3 de 100 mg/l

Utiliser une solution étalon commerciale ou la préparer comme suit : dissoudre 0,0100 g de 2,4-D- d_3 dans environ 80 ml de méthanol et compléter à 100 ml avec du méthanol.

- 6.12. Solution étalon d'injection de 1,3,5-tribromobenzène de 1,5 mg/l et de pentachlorobiphényle de 1,5 mg/l

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide d'une pipette 0,75 ml de la solution étalon de 1,3,5-tribromobenzène de 100 mg/l et 0,75 ml d'une solution commerciale de pentachlorobiphényle de 100 mg/l et compléter au trait de jauge avec de l'acétate d'éthyle.

- 6.13. Solution étalon de dérivation de 1 250 µg/l

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1 250 µl de la solution mère de 2,4-D-d₃ et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

- 6.14. Solution étalon d'acide nitrilotriacétique de 100 mg/l pour les ajouts

Dissoudre 10,0 mg de NTA dans 100 ml d'eau.

- 6.15. Solution étalon d'acide nitrilotriacétique de 5 mg/l

Pipeter 5 ml de la solution de NTA 100 mg/l dans une fiole de 100 ml d'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

- Préparer les échantillons et les solutions étalons selon le tableau suivant.

Dans des tubes 10 ml jetables	Volume initial (ml)	Ajout NTA 5 ppm (µl)
Blanc	5	0
Étalon 10 ppb	5	10
Étalon 25 ppb	5	25
Étalon 50 ppb	5	50
Étalon 75 ppb	5	75
Étalon 100 ppb	5	100
Étalon 150 ppb	5	150
Étalon 200 ppb	5	200
Échantillon	5	0
CQ*	5	

* Voir le résumé de préparation fourni par la Division des matériaux de référence.

- Amener les tubes à sec dans une **étuve** à environ 100 °C (les échantillons devraient être à sec le lendemain).

7.2 Estérification

- Ajouter 100 µl de la solution étalon de dérivation.
- Ajouter 1 ml de la solution commerciale de BF₃/MeOH.
- Sceller les tubes, puis chauffer à **environ** 100 °C **pour environ** 2 heures à l'aide du bain de sable.
- Laisser refroidir les tubes, puis ajouter 1 ml de chloroforme et 5 ml de la solution tampon de phosphate de potassium. Agiter pendant 1 minute.
- Récupérer le chloroforme à l'aide d'une pipette Pasteur en évitant de recueillir la phase aqueuse.
- Transférer le chloroforme dans un tube de type éprouvette à bout rond de 10 ml en laissant couler le chloroforme sur les parois pour ainsi s'assurer de ne pas avoir d'eau dans l'extrait.
- Pipeter 0,70 ml de cet extrait et transférer dans un vial de dosage de 2 ml.
- Évaporer à sec à l'aide d'un jet d'argon.

Note – Ne pas forcer le séchage, car il y aura perte du 2,4-D.

- Dissoudre le résidu dans 100 µl de la solution étalon d'injection.

7.3 Dosage

- Analyser les solutions étalons et les échantillons par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse, en mode balayage de 42 à 350 amu.

Note – Pour connaître les conditions d'opération des différentes composantes de l'appareil, veuillez consulter le document de référence approprié dans la documentation qualité de la Division de chimie organique.

8. Calcul et expression des résultats

Les concentrations sont calculées en standard interne directement à partir de la courbe d'étalonnage.

Les résultats sont exprimés en microgramme par litre (µg/l) de NTA d'après l'équation suivante :

$$D = A \times F$$

où

D : concentration du NTA contenu dans l'échantillon (µg/l);

A : concentration du NTA contenu dans l'extrait (µg/l);
F : facteur de dilution, si nécessaire.

9. Critères d'acceptabilité

Les termes utilisés sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit.

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de l'écart défini dans le système de gestion de l'information du laboratoire. Le critère doit être respecté pour 100 % des composés analysés.
Duplicata	Les résultats sont acceptés à un écart de 30 % entre les deux valeurs.
Ajout dosé	Le résultat doit être à l'intérieur de l'intervalle : valeur attendue ± 25 %.
Étalon de dérivation	La récupération doit être supérieure à 50 % et inférieure à 130 %.
Blanc	Lorsqu'il y a un résultat positif, et jusqu'à concurrence de 10 fois la limite de détection, il sera soustrait du résultat des échantillons.
Solution étalon de calibration	Un écart de 30 % est accepté entre les valeurs de la nouvelle et de l'ancienne solution étalon.
Courbe d'étalonnage	$r^2 \geq 0,95$

Les chimistes peuvent 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, la dernière édition du document de référence s'applique.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie (DR-12-SCA-01), Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, édition courante. Disponible au 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), Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, édition courante. Disponible au http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf.

QUÉBEC (2012). « Règlement modifiant le Règlement sur la qualité de l'eau potable, chapitre Q-2, r. 40 », Gazette officielle du Québec, vol. 144, no 8, p. 849-874.

TUULOS-TIKKA, S., M. SILLANPAA et J. RAMO (2000). « Determination of nitrilotriacetic acid in waste and natural waters », Internal Journal of Environmental Analytical Chemistry, vol. 77, no 3, p. 221-232.

WILLIAMS, D. T., F. BENOÎT, K. MUZIKA et R. O'GRADY (1977). « Gas chromatographic determination of nitrilotriacetic acid using a nitrogen-selective detector », Journal of Chromatography, vol. 136, no 3, p. 423-427.



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

Québec

