AVERTISSEMENT : Avant d'appliquer cette méthode, consulter les manuels d'instructions, les fiches de données de sécurité et autres documents portant sur la sécurité.

Le timbre d'encre coloré indique que ceci est un document contrôlé. L'absence de couleur indique que cette copie n'est pas contrôlée et ne recevra pas des mises à jour de révision.

INTRODUCTION

Les cyanures se présentent sous différentes formes chimiques et leur toxicité dépend de la substance avec laquelle ils ont été combinés. Les effluents d'un certain nombre d'installations industrielles comme les usines à gaz, les cokeries et les installations de lavage des gaz des aciéries, de nettoyage de métaux et d'électrodécomposition sont susceptibles de rejeter d'importantes quantités de cyanures dans le milieu aquatique.

1. INTERVALLE DE MESURES

1.1. La présente méthode s'applique au dosage des cyanures totaux contenus dans l'eau potable, les eaux de surface et les eaux souterraines de même que dans les eaux usées domestiques et industrielles.

1.2. Cette méthode permet de mesurer des concentrations de cyanures totaux allant de 5 µg/l à 300 µg/l. L'intervalle de mesure peut être étendu en prenant un volume moindre d'échantillon avant distillation ou par une dilution adéquate de l'échantillon.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

2.1. La détermination des cyanures s'effectue en deux étapes. La première étape consiste à la décomposition des complexes cyanurés à pH 3.8 par irradiation UV. Les cyanures libérés sont ensuite séparés par distillation pour éliminer les interférences.

2.2. Les cyanures qui sont libérés sous forme d'acide cyanhydrique, sont ensuite dosés photométriquement. La détermination photométrique est effectuée suite à la réaction avec la chloramine-T et avec le réactif de coloration (dérivés d'acide barbiturique et de pyridine) pour donner un composé rouge analysé à 600 nm.

3. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

3.1. Validation de méthode

3.1.1. Interférences et limitations

3.1.1.1. La plupart des interférences sont élimées lors de la distillation. L'interférence due aux sulfures est éliminée par l'ajout de carbonate de plomb (4.3).

3.1.2. Limites

3.1.2.1. La limite de détection rapportée (LDR) de la méthode est établie à 5 µg/l.

Note : La limite de détection calculée est disponible sur demande.

3.1.2.2. La limite de quantification de la méthode (LQ) est établie à 17 µg/l.

3.1.3. Sensibilité

3.1.3.1. La sensibilité de la méthode se situe dans l'intervalle spécifié ci-dessous.

Critère	Limite minimale acceptable	Limite maximale acceptable	Unité
Sensibilité (pente)	0,0005	0,002	ABS/µg/l

3.1.4. Fidélité

3.1.4.1. La répétabilité relative est inférieure à 10 %.

3.1.4.2. La fidélité intermédiaire de mesure est inférieure à 10 %.

3.1.5. Justesse

3.1.5.1. La justesse doit se situer entre 90% et 100%.

3.1.6. Récupération

3.1.6.1. La récupération d'un échantillon fortifié se situe entre 90% et 110%.

3.2. **Éléments de contrôle qualité**

3.2.1. Les éléments de contrôle de la qualité analysés doivent se situer à l'intérieur des intervalles spécifiés ci-dessous :

Éléments de contrôle qualité	Limite minimale acceptable	Limite maximale acceptable	Unité
Coefficient de corrélation (R)	0,995	1,000	N/A
Blanc de méthode (BLM)	-5	5	µg/l
Échantillon fortifié (ECF)	80	120	% Récupération
Étalon de vérification (ETV)			
Étalon de contrôle externe (ETCE)			
Étalon de contrôle $K_3Fe(CN)_6$	90	100	% Récupération
Étalon de contrôle KSCN	NA	1	% Récupération
Duplicata (DUP)	-20	20	% Écart

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

4.1. Les échantillons sont prélevés et conservés selon le document n° L-CR-5.8-001, *Contenants, modes et délais de conservation pour les échantillons d'eau*.

ATTENTION : Il pourrait y avoir présence d'acide cyanhydrique gazeux dans le contenant d'échantillonnage. Toutes les étapes décrites ci-après doivent être faites sous une hotte.

4.2. **Vérification de la présence d'agents oxydants**

4.2.1. Prendre une bandelette de papier indicateur amidon-iodure de potassium (6.32) et la tremper avec la solution tampon acétate — acide acétique (6.36).

4.2.2. Prélever une portion de l'échantillon à l'aide d'une pipette jetable (5.1).

4.2.3. Déposer une goutte d'échantillon sur la bandelette de papier indicateur.

4.2.4. Si la couleur de la bandelette ne change pas, aller à la section 7.

4.2.5. Si la couleur de la bandelette devient bleue, ajouter à l'échantillon, environ 0,5 ml de la solution de thiosulfate de sodium (6.38) à l'aide d'une pipette jetable. Agiter délicatement.

4.2.6. Vérifier de nouveau la présence d'agents oxydants en suivant les étapes 4.2.1 à 4.2.3.

4.2.7. Si la bandelette change de couleur, répéter les étapes 4.2.5 et 4.2.6.

4.2.8. Répéter les étapes 4.2.6 et 4.2.7 jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de changement de couleur de la bandelette.

ATTENTION : Il ne faut pas ajouter plus de 0,1 g/l de thiosulfate de sodium à l'échantillon (soit 2.5 ml de la solution de thiosulfate de sodium à 40 g/l pour un (1) litre d'échantillon).

Note : Lorsqu'il s'agit d'un échantillonnage réglementaire, il faut ajouter au blanc d'échantillonnage environ la même quantité de solution de thiosulfate de sodium que la quantité ajoutée à l'échantillon.

4.2.9. Ajouter l'agent de conservation selon le document L-CR-5.8-001 *Contenants, modes et délais de conservation pour les échantillons d'eau*. Indiquer la présence de l'agent de conservation sur la bouteille et poursuivre avec la section 7.

4.3. **Vérification de la présence de sulfures**

4.3.1. Prendre une bandelette de papier indicateur acétate de plomb (6.33) et la tremper avec la solution tampon acétate — acide acétique (6.36).

4.3.2. Prélever une portion de l'échantillon à l'aide d'une pipette jetable (5.1).

4.3.3. Déposer une goutte d'échantillon sur la bandelette de papier indicateur.

4.3.4. Si la couleur de la bandelette ne change pas, aller à la section 7.

4.3.5. Si la couleur de la bandelette devient foncée, filtrer l'échantillon à l'aide d'un papier filtre (5.8) et récupérer le filtrat dans un bécher (5.6).

ATTENTION : Il faut filtrer l'échantillon lentement en prenant soin d'éviter que l'échantillon entre en contact avec la paroi du porte-filtre. Cette précaution est nécessaire, car il est impossible de rincer le filtre et le porte-filtre, car ceci entrainerait une dilution de l'échantillon.

4.3.6. Conserver le filtre.

4.3.7. Ajouter au filtrat environ 0.2 g du sel de carbonate de plomb ou d'acétate de plomb (6.11) à l'aide d'une spatule (il n'est pas nécessaire de peser). Agiter délicatement afin de dissoudre le sel.

4.3.8. Vérifier de nouveau la présence de sulfure en suivant les étapes 4.3.1 à 4.3.3.

4.3.9. Si la bandelette change de couleur, répéter les étapes 4.3.7 et 4.3.8 jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de changement de couleur de la bandelette.

4.3.10. Filtrer l'échantillon à l'aide d'un papier filtre et récupérer le filtrat dans une bouteille d'échantillonnage (5.9) propre. Jeter ce filtre.

> **Note :** Cette filtration permet de retenir le sulfure de plomb précipité. Pour ne pas diluer l'échantillon, il ne faut pas laver le filtre à l'eau.

4.3.11. Ajouter le filtre obtenu à la section 4.3.6 à la bouteille contenant le filtrat de l'échantillon.

> **ATTENTION : Lorsqu'il s'agit d'un échantillonnage réglementaire, il faut filtrer le blanc d'échantillonnage en suivant les étapes 4.3.5 et 4.3.6. En utilisant le même porte-filtre, filtrer l'échantillon sur un second filtre. Il faut ajouter au blanc environ la même quantité de carbonate de plomb que la quantité ajoutée à l'échantillon et terminer le traitement en suivant les étapes 4.3.11 à 4.3.12.**

4.3.12. Ajouter l'agent de conservation selon le document L-CR-5.8-001 *Contenants, modes et délais de conservation pour les échantillons d'eau*. Indiquer la présence de l'agent de conservation sur la bouteille et poursuivre avec la section 7.

5. APPAREILLAGE, ACCESSOIRES ET DOCUMENTS QUALITÉ REQUIS

5.1. Pipettes jetables.

5.2. Pipettes mécaniques

5.3. Pipette en verre classe A

5.4. Cylindre gradué classe A.

5.5. Ballons jaugés classe A

5.6. Béchers

5.7. Barreau magnétique

5.8. Papier filtre whatman #41

5.9. Bouteilles d'échantillonnage

5.10. Plaque agitatrice

5.11. Analyseur à flux segmenté

5.12. Vials pour échantillonneur automatique.

5.13. Tubulures pour analyseur de flux segmenté

5.14. Contenant d'au moins 5 litres muni d'un robinet

5.15. Filtres acrodisc de fibre de verre (1 µm)

5.16. Seringue en plastique pour filtre Acrodisc

5.17. Bidon en plastique pour le rejet

5.18. Graisse de silicone

5.19. Pour la consultation des documents reliés à la méthode, cliquer sur l'icône « lien vers la documentation » dans le logiciel IsoVision.

6. RÉACTIFS, ÉTALONS ET CONTRÔLES QUALITÉ

ATTENTION : La concentration d'un **nouveau lot d'étalon** doit être vérifiée à l'aide du lot précédent avant d'être utilisé.

ATTENTION : Certaines solutions peuvent être remplacées par des **étalons disponibles commercialement.** La concentration de l'étalon commercial doit être vérifiée. La concentration peut être différente de celle mentionnée. Les dilutions devront être modifiées en conséquence.

ATTENTION : Les matériaux de référence ainsi que les étalons **périmés** doivent être validés de nouveau avant utilisation. Une nouvelle date de péremption doit être identifiée et justifiée.

Note : Les acronymes entre parenthèses sont des références du logiciel LIMS.

6.1. Eau (EAU_CR) : Eau dont la conductivité est < que 2 µmhos/cm ou la résistivité est > que 0,5 MΩ/cm. Mettre de l'eau dans le contenant d'au moins 5 litres muni d'un robinet (5.14) et dégazer avec de l'azote (6.39) pour au moins 20 minutes.

> **Note :** La préparation des solutions qui ne sont pas utilisées pendant l'analyse sur l'appareil à flux segmenté de même que les standards d'étalonnage ne requièrent pas d'eau dégazée.

6.2. Hydroxyde de sodium [NaOH] (NaOH_ACS_CR) : Solide de qualité ACS ou supérieure.

6.3. Acide chlorhydrique concentré [HCl] (HCl_ACS_CR) : Liquide de qualité ACS ou supérieure.

6.4. Brij 35 30 % (Brij35_30_CR) : Liquide, vendu commercialement.

6.5. Acide Diméthyl-1,3 barbiturique [$C_6H_8O_3N_2$] (C6H8O3N2_Certif_CR) : Pureté > 99%.

6.6. Acide Pyridine-4 carboxylique - Isonicotinic acid [$C_6H_5NO_2$] (C6H5NO2_ACS_CR) : Pureté > 99%.

6.7. Acide citrique anhydre [$C_6H_8O_7$] (C6H8O7_anhydr_ACS_CR) : Qualité ACS ou supérieure.

6.8. Cyanure de potassium [KCN] (KCN_ACS_CR) : Qualité ACS ou supérieure.

6.9. Phtalate acide de potassium [$C_8H_5KO_4$] (C8H5KO4_ACS_CR) : Solide de qualité ACS ou supérieure.

6.10. Chloramine-T trihydraté [$C_7H_7ClNNaO_2S•3H_2O$] (ChloramineT 3H2O_CR) : Solide de qualité ACS ou supérieure.

6.11. Carbonate de plomb [$PbCO_3$] (PbCO3_ACS_CR) ou acétate de plomb trihydraté [$Pb(C_2H_3O_2)_2.•3H_2O$] (AcetatPb_3H2O_ACS_CR) : Solide de qualité ACS ou supérieure.

6.12. Ferricyanure de potassium [$K_3Fe(CN)_6$] (K3Fe(CN)6_ACS_CR) : Qualité ACS ou supérieure.

6.13. Thiocyanate de potassium [KSCN] (KSCN_ACS_CR) : Qualité ACS ou supérieure.

6.14. Sulfate de cuivre penta hydraté [$CuSO4•5H_2O$] : Qualité ACS ou supérieure.

6.15. Acide chlorhydrique 1 M (HCl_1_CR) : Prélever 42 ml d'acide chlorhydrique concentré (6.3) à l'aide d'un cylindre gradué (5.4). Transvider doucement l'acide dans un bécher (5.6) contenant environ 400 ml d'eau (6.1). Laisser refroidir et compléter à 500 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement. Cette solution est utilisée pour l'ajustement de pH des solutions 6.22 et 6.23.

6.16. Solution de rinçage pour l'échantillonneur (NaOH_0.01_CR) : Peser environ 0,400 g d'hydroxyde de sodium (6.2). Transférer dans un bécher d'au moins 1000 ml (5.6) contenant environ 800 ml d'eau (6.1). Dissoudre le sel et compléter à 1000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable pour 1 mois.

6.17. Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M (NaOH_0.1_CR) : Peser environ 4,0 g d'hydroxyde de sodium (6.2). Transférer dans un bécher d'au moins 1000 ml (5.6) contenant environ 800 ml d'eau (6.1). Dissoudre le sel et compléter à 1000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable pour 1 mois.

6.18. Solution d'hydroxyde de sodium 1 M (NaOH_1_CR): Peser environ 40 g d'hydroxyde de sodium (6.2). Transférer dans un bécher d'au moins 1000 ml (5.6) contenant environ 800 ml d'eau (6.1). Dissoudre le sel et compléter à 1000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement.

6.19. Solution d'hydroxyde de sodium 2,5 M (NaOH_2,5_CR): Peser environ 100 g d'hydroxyde de sodium (6.2). Transférer dans un bécher d'au moins 1000 ml (5.6) contenant environ 800 ml d'eau (6.1). Dissoudre le sel et compléter à 1000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement.

Note : Les solutions d'hydroxyde de sodium (6.16 à 6.19) peuvent être préparées par dilution de solutions plus concentrées.

6.20. Solution tampon pH 5.2 (Tampon_pH_5.2_CR) : Peser environ 2,3 g d'hydroxyde de sodium (6.2). Transférer dans un bécher d'au moins 1000 ml (5.6) contenant environ 500 ml d'eau (6.1). Dissoudre le sel. Prélever environ 20,5 g de phtalate acide de potassium (6.9). Transférer dans le bécher. Dissoudre le sel et compléter à environ 975 ml avec l'eau. Mesurer le pH et si nécessaire, ajuster le pH à 5,2 en ajoutant soit de la solution d'hydroxyde de sodium 1M (6.18) ou de la solution d'acide chlorhydrique 1M

(6.15). Compléter à 1000 ml avec l'eau. Ajouter ensuite 1 ml de Brij (6.4). Cette solution est conservée à la noirceur à une température de 4 ± 2°C et est stable pour 3 mois.

6.21. Solution de chloramine-T trihydraté (ChloramineT_Sol_CR) : Peser environ 2 g de chloramine-T trihydraté (6.10). Transférer dans un bécher d'au moins 1000 ml (5.6) contenant environ 800 ml d'eau (6.1). Dissoudre le sel et compléter à 1000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à la noirceur à une température de 4 ± 2°C et est stable pour 3 mois.

6.22. Réactif de distillation (Cyanure_Sol_Dist_CR) : Dissoudre dans un ballon volumétrique de 1000 ml (5.5), 50 g d'acide citrique (6.7) dans environ 700 ml d'eau (6.1). Ajouter environ 120 ml de NaOH 2,5 M (6.19) et si nécessaire, ajuster le pH à 3.8 avec une solution d'acide chlorydrique 1M (6.15) ou avec une solution de NaOH 1 M (6.18). Compléter au trait de jauge avec l'eau. Cette solution est conservée à la noirceur à une température de 4 ± 2°C et est stable pour 3 mois.

6.23. Réactif de coloration (Cyanure_Rx_Colo_CR) : Peser environ 7 g de NaOH (6.2). Transférer dans un bécher d'au moins 1000 ml (5.6) contenant environ 500 ml d'eau (6.1). Dissoudre le sel. Prélever environ 16,8 g d'acide diméthyl-1,3 barbiturique (6.5) et 13,6 g d'acide pyridine-4 carboxylique (6.6). Transférer dans le bécher. Compléter à environ 975 ml avec l'eau. Dissoudre le sel. Mesurer le pH et si nécessaire, ajuster le pH à 5,2 en ajoutant soit de la solution d'hydroxyde de sodium 1 M (6.18) ou de la solution d'acide chlorhydrique 1 M (6.15). Compléter à 1000 ml avec l'eau. Filtrer à l'aide d'un papier-filtre de porosité moyenne (5.8). Cette solution est conservée à la noirceur à une température de 4 ± 2°C et est stable pour 3 mois.

6.24. Solution mère de cyanure de potassium 100 mg/l (Cyanure_100_ETECR) : Peser environ 0,250 g de cyanure de potassium (6.8). Transférer dans un bécher d'au moins 1000 ml (5.6) contenant environ 800 ml d'eau (6.1). Prélever environ 0,400 g d'hydroxyde de sodium (6.2). Transférer dans le bécher. Dissoudre les sels. Compléter à 1000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à la noirceur à une température de 4 ± 2°C et est stable pour 1 an.

6.25. Solution de cyanure de potassium 1 mg/l : Prélever à l'aide d'une pipette mécanique (5.2) 2 ml de la solution de cyanure de potassium 100 mg/l (6.24). Transférer dans un ballon jaugé de 200 ml (5.5) contenant 2 ml de la solution d'hydroxyde de sodium 1M (6.18) et environ 50 ml d'eau (6.1). Compléter au trait de jauge avec l'eau. Préparer cette solution à chaque série d'analyse.

6.26. Solutions d'étalonnage de 0 µg/l à 300 µg/l : Transférer à l'aide d'une pipette mécanique (5.2) ou d'une pipette en verre (5.3) 0, 2, 5, 10, 20 et 30 ml de la solution de cyanure de potassium 1 mg/l (6.25) dans des ballons jaugés de 100 ml (5.5) contenant 1 ml de la solution d'hydroxyde de sodium 1M (6.18) et environ 50 ml d'eau (6.1). Compléter au trait de jauge avec de l'eau (6.1). Les concentrations respectives de ces étalons sont de 0, 20, 50, 100, 200 et 300 µg/l. Préparer ces solutions à chaque série d'analyse.

6.27. Étalon de ferricyanure de potassium 100 mg/l CN (K3Fe(CN)6_ETCCR) : Peser 0,2109 g de K3Fe(CN)6 (6.12). Transférer dans un ballon de 1000 ml (5.5) contenant environ 800 ml d'eau (6.1). Prélever 0,4 g d'hydroxyde de sodium (6.2) et transférer dans le ballon (5.5). Dissoudre les sels et compléter à 1000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à la noirceur à une température de 4 ± 2°C et est stable pendant 1 an.

6.28. Étalon de ferricyanure de potassium 300 µg/l CN: Prélever à l'aide d'une pipette (5.2) 0,3 ml de la solution de ferricyanure de potassium 100 mg/l (6.27) et transférer dans un ballon jaugé de 100 ml (5.5) contenant 1 ml de la solution d'hydroxyde de sodium 1M (6.18) et environ 50 ml d'eau (6.1). Ajouter 1 ml de la solution de sulfate de cuivre (6.31) et compléter à 100 ml avec l'eau. Préparer ces solutions à chaque série d'analyse.

6.29. Étalon de thiosulfate de potassium 100 mg/l CN (KSCN_100_ETCCR) : Peser 0,3735 g de thiosulfate de potassium (6.13). Transférer dans un ballon de 1000 ml (5.5) contenant environ 800 ml d'eau (6.1). Prélever 0,4 g d'hydroxyde de sodium (6.2) et transférer dans le ballon. Dissoudre les sels et compléter à 1000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à la noirceur à une température de 4 ± 2°C et est stable pendant 1 an.

6.30. Étalon thiosulfate de potassium 3000 µg/l CN: Prélever à l'aide d'une pipette (5.2) 3 ml de la solution de thiosulfate de potassium 100 mg/l (6.29) et transférer dans un ballon de 100 ml (5.5) contenant 1 ml de la solution d'hydroxyde de sodium 1M (6.18) et environ 50 ml d'eau (6.1). Compléter à 100 ml avec l'eau. Préparer ces solutions à chaque série d'analyse.

6.31. Solution de sulfate de cuivre (CuSO4_0,5_CR) : Peser 0,5 g de sulfate de cuivre pentahydraté (6.14) et transférer dans un ballon de 100 ml (5.5). Dissoudre le sel et compléter à 100 ml avec de l'eau (6.1). Cette solution est conservée à la noirceur à une température de 4 ± 2°C et est stable pendant 1 an.

6.32. Papier indicateur amidon-iodure de potassium.

6.33. Papier indicateur acétate de plomb.

6.34. Acétate de sodium anhydre ($NaC_2H_3O_2$) (AcetatNa_ACS_CR) : Sel de qualité ACS ou supérieure.

6.35. Acide acétique glacial [$C_2H_4O_2$] (CH3COOH_ACS_CR): Liquide de qualité ACS ou supérieure.

6.36. Solution tampon acétate — acide acétique pH 4 (TamponAcetate_pH4_CR) : Peser environ 146 g d'acétate de sodium anhydre (6.34). Transférer le sel dans un ballon jaugé de 1000 ml (5.5) contenant environ 400 ml d'eau (6.1). Peser environ 480 g d'acide acétique glacial (6.35). Ajouter au ballon jaugé. Dissoudre le sel et compléter au trait de jauge avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement.

6.37. Thiosulfate de sodium pentahydraté [$Na_2S_2O_3 \bullet 5H_2O$] (Na2S2O3_5H2O_ACS_CR) : Sel de qualité ACS ou supérieure.

6.38. Solution de thiosulfate de sodium 40g/l (Na2S2O3_40_CR) : Peser environ 62,78 g de thiosulfate de sodium pentahydraté (6.37). Transférer le sel dans un ballon jaugé de 1000 ml (5.5) contenant environ 600 ml d'eau (6.1). Dissoudre le sel et compléter au trait de jauge avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement.

6.39. Azote : Gaz de qualité 99.999 % ou supérieure.

6.40. Blanc de méthode (BLM)

6.40.1. Remplir un vial pour auto échantillonneur avec du NaOH 0,01 M (6.16) et procéder à l'analyse.

6.41. Échantillon fortifié (ECF)

Note : L'échantillon fortifié peut être effectué en diluant l'échantillon choisi pour faire l'ajout ou en modifiant la concentration de l'étalon utilisé de manière à obtenir un ajout représentant idéalement entre 50% et 100% de la concentration de l'échantillon.

6.41.1. Transférer une portion d'un échantillon dans un ballon volumétrique et à l'aide d'une pipette (5.2,ou 5.3). Prélever un volume de la solution étalon de cyanure de potassium de 100 mg/l (6.24) et l'ajouter dans le ballon volumétrique contenant l'échantillon.

Note : Prélever le volume de solution étalon de manière à ce que l'ajout représente idéalement entre 50% et 100% de la concentration de l'échantillon.

6.41.2. Compléter au trait de jauge avec l'échantillon ou avec de l'eau dans le cas où une dilution est nécessaire et procéder à l'analyse.

6.42. Duplicata (DUP)

6.42.1. Prélever une deuxième portion de l'échantillon auquel le duplicata est rattaché. Effectuer la même dilution et procéder à l'analyse.

6.43. Étalon de contrôle externe (ETCE)

6.43.1. Faire la dilution appropriée pour la courbe d'étalonnage. Remplir un vial pour auto échantillonneur (Cyanures_Niv1_ETCECR) fourni par l'assurance qualité et procéder à l'analyse

7. PROCÉDURE ANALYTIQUE

7.1. Dosage des échantillons

7.1.1. Procéder à l'analyse des échantillons à l'aide de l'analyseur à flux segmenté (5.11) selon l'instruction de travail de l'instrument utilisé.

7.1.2. L'analyse est effectuée à une longueur d'onde de 600 nm.

7.1.3. Les échantillons dont la concentration dépasse la valeur de l'étalon d'étalonnage doivent être analysés de nouveau avec une dilution appropriée.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1. Les résultats d'analyses sont exprimés en mg/l.

8.2. La concentration en cyanure sera de :

$$C_{final}(mg/L) = C_{lue}(\mu g/l) * \frac{V_{final}(ml)}{V_{prélevé}(ml)} * \frac{mg}{1000\mu g}$$

C_{lue} = Concentration de l'échantillon ou de l'échantillon de contrôle de qualité calculée à partir de la courbe d'étalonnage.

V_{finale} = Volume final

$V_{prélevé}$ = Volume d'échantillon prélevé

8.3. Saisir les résultats dans la base de données LIMS.

8.4. Saisir les résultats des éléments de contrôle qualité dans la charte de contrôle de l'année en cours sur le serveur S. Enregistrer une non-conformité lors du non-respect d'un ou plusieurs éléments de contrôle de la qualité et transmettre la non-conformité au responsable qualité.

9. RÉFÉRENCES

9.1. AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA), AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION (AWWA), WATER ENVIRONMENT FEDERATION (WEF), *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 23e edition, 2017, 4500-CN.

9.2. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Détermination des cyanures : méthode colorimétrique automatisée avec la pyridine et l'acide isonicotinique et l'acide barbiturique – Distillation manuelle, MA. 300 – CN 1.2, Rév. 4, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, 2016, 26 p.

9.3. SKALAR SAN^{PLUS} ANALYZER, *Determination of total and free cyanide in surface and waste water,* 1295-004w/r issue 070406/MH/99240563, 9 p.