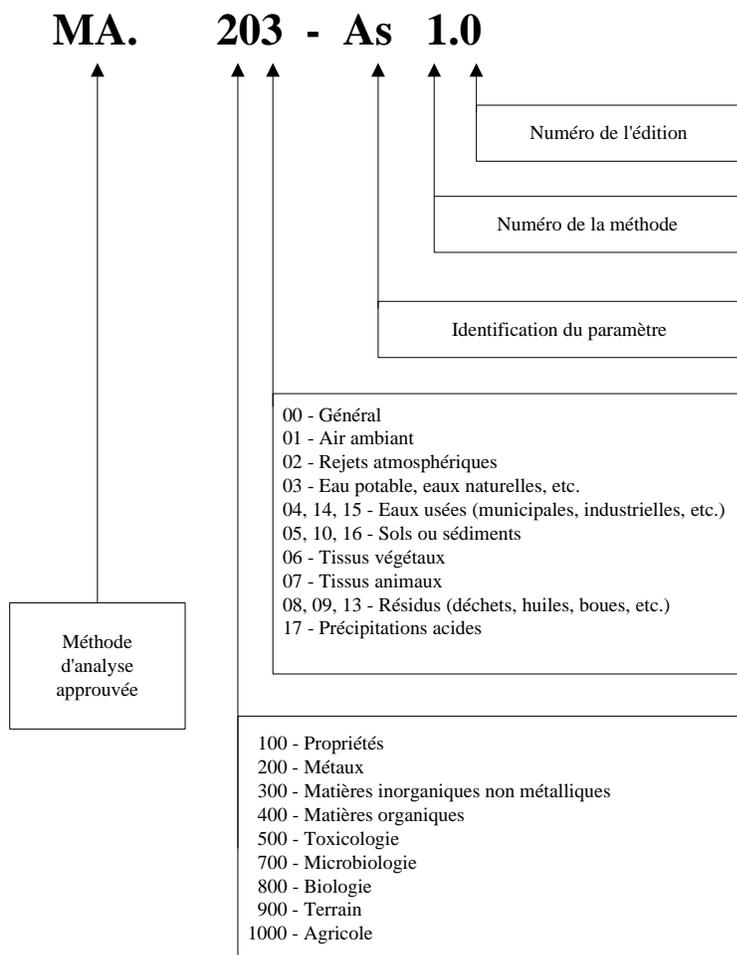


MA. 103 – %TUV 1.0
Édition : 2004-11-10
Révision : 2007-04-17 (2)

Méthode d'analyse

Détermination du pourcentage de transmittance UV : méthode
par spectrophotométrie UV-visible, lecture à 254 nm

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 du pourcentage de transmittance UV : méthode par spectrophotométrie
UV-visible, lecture à 254 nm. MA. 103 – %TUV 1.0, Rév. 2, Ministère du Développement
durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2007, 11 p.

TABLE DES MATIÈRES

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

INTRODUCTION

La qualité générale de l'eau peut être déterminée par son absorbance ou sa transmittance UV à 254 nm.

Qualité de l'eau brute	Absorbance (unités d'absorbance/cm)	Pourcentage de transmittance
Excellente	0,022	95 %
Bonne	0,071	85 %
Passable	0,125	75 %

Le pourcentage de transmittance UV est utilisé plus particulièrement afin de déterminer si le rayonnement ultraviolet (UV) convient comme méthode de désinfection de l'eau. Il doit préférentiellement être mesuré sur un échantillon sans traitement de filtration. Le « Guide de conception des installations de production d'eau potable » indique que l'eau qui a un pourcentage de transmittance UV inférieur à 75 % ne doit pas être désinfectée à l'aide d'un procédé aux ultraviolets. Quant à la mesure de l'absorbance UV, elle constitue un indice général de la quantité de rayonnement UV nécessaire à la décontamination de l'eau et fournit de l'information quant au type et à la concentration de matières organiques présentes dans l'eau.

Le pourcentage de transmittance UV et l'absorbance UV sont reliés par l'équation suivante :

$$\frac{\text{Pourcentage de transmittance}}{100} = 10^{-\text{absorbance}}$$

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination du pourcentage de transmittance UV à 254 nm dans les eaux souterraines, les eaux de surface et l'eau potable.

La lecture peut être prise à partir d'un pourcentage de transmittance de 99,75 % et jusqu'à un pourcentage de transmittance de 62 %.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

L'échantillon est homogénéisé et transféré dans une cuvette de quartz de 1 cm de longueur. La cuvette est placée dans un spectrophotomètre, le côté transparent face au faisceau lumineux. Il est important de toujours manipuler la cellule par les côtés givrés. Le pourcentage de transmittance est mesuré grâce à une lampe au xénon qui émet une lumière à une longueur d'onde de 254 nm avec une intensité connue. Le faisceau lumineux passe au travers de l'échantillon. Une partie de cette lumière est absorbée ou déviée par l'échantillon. La quantité de lumière qui réussit à traverser l'échantillon est calculée.

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

Si la mesure est prise afin de déterminer la concentration approximative et le type de composé organique présent dans un échantillon, les interférences sont toutes les substances, autres que la matière organique, qui absorbent la lumière à 254 nm. Par exemple, les solides en suspension, le fer, les nitrates et nitrites de même que les bromures constituent des interférences. Certains oxydants peuvent aussi absorber la lumière UV comme l'ozone, les chlorates et chlorites, les chloramines et les thiosulfates.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

Comme il s'agit d'une mesure non spécifique, la limite de détection ne peut pas être déterminée avec précision. Toutefois, lors d'essais ($n = 10$), la variation calculée pour la limite de détection a été de 0,25 %. La limite de détection pour la transmittance est donc de 99,75 %.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La variation pour la limite de quantification est de 0,80 %. La limite de quantification théorique est donc de 99,2 %. Cependant, la limite de quantification pratique est de 98 %.

3.4. SENSIBILITÉ

Sans objet.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de $\pm 0,06$ % pour un pourcentage de transmittance moyen de 93,6 %.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures ($n = 10$) a été de $\pm 0,78$ % pour un pourcentage de transmittance moyen de 95,2 %.

3.6. JUSTESSE

Aucun matériau de référence certifié n'est disponible.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Le taux de récupération par cette procédure de dosage a été de 106 %.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif (minimum de 50 ml) dans un contenant de plastique ou de verre et conserver à 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 48 heures.

5. APPAREILLAGE

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

5.1. Spectrophotomètre de marque Thermo Spectronic, modèle Genesys 10 UV

5.2. Cellule de quartz de 1 cm de longueur

5.3. Balance

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.

Tous les sels utilisés doivent avoir été préalablement séchés à 105 °C pendant au moins 12 heures.

6.1. Biphtalate de potassium, $C_8H_5KO_4$ (CAS n° 877-24-7)

6.2. Phosphate de potassium monobasique, KH_2PO_4 (CAS n° 7778-77-0)

6.3. Phosphate de sodium dibasique, Na_2HPO_4 (CAS n° 10140-65-5)

6.4. Solution tampon phosphate pH 7,0

Dans une fiole jaugée de 2 000 ml, dissoudre 8,16 g de KH_2PO_4 (cf. 6.2) et 5,68 g de Na_2HPO_4 (cf. 6.3) dans environ 1 600 ml d'eau. Vérifier que le pH est à 7,0 et ajuster au besoin. Compléter à 2 000 ml avec de l'eau. Conserver cette solution à 4 °C dans une bouteille ambrée. Refaire la solution chaque semaine.

6.5. Solution étalon mère de 1 000 mg/l de $C_8H_5KO_4$

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 0,1 g de $C_8H_5KO_4$ (cf. 6.1) dans 80 ml de tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Compléter à 100 ml avec du tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Conserver cette solution à 4 °C, dans une bouteille ambrée. Refaire la solution chaque semaine.

6.6. Solution étalon intermédiaire de 100 mg/l de $C_8H_5KO_4$

Dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 10 ml de solution étalon mère de $C_8H_5KO_4$ (cf. 6.5) dans environ 80 ml tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Compléter à 100 ml avec du tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Conserver cette solution à 4 °C dans une bouteille ambrée. Refaire la solution chaque semaine.

6.7. Solution de vérification pour un pourcentage de transmittance de 98 %

Dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 1,0 ml de solution étalon intermédiaire de 100 mg/l de $C_8H_5KO_4$ (cf. 6.6) dans environ 80 ml tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Compléter à 100 ml avec du tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Conserver cette solution à 4 °C dans une bouteille ambrée. Refaire la solution chaque semaine.

6.8. Solution de vérification pour un pourcentage de transmittance de 95 %

Dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 3,0 ml de solution étalon intermédiaire de 100 mg/l de $C_8H_5KO_4$ (cf. 6.6) dans environ 80 ml tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Compléter à 100 ml avec du tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Conserver cette solution à 4 °C dans une bouteille ambrée. Refaire la solution chaque semaine.

6.9. Solution de vérification pour un pourcentage de transmittance de 92 %

Dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5,0 ml de solution étalon intermédiaire de 100 mg/l de $C_8H_5KO_4$ (cf. 6.6) dans environ 80 ml tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Compléter à 100 ml avec du tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Conserver cette solution à 4 °C dans une bouteille ambrée. Refaire la solution chaque semaine.

6.10. Solution de vérification pour un pourcentage de transmittance de 85 %

Dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 10,0 ml de solution étalon intermédiaire de 100 mg/l de $C_8H_5KO_4$ (cf. 6.6) dans environ 70 ml tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Compléter à 100 ml avec du tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Conserver cette solution à 4 °C dans une bouteille ambrée. Refaire la solution chaque semaine.

6.11. Solution de vérification pour un pourcentage de transmittance de 73 %

Dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 20,0 ml de solution étalon intermédiaire de 100 mg/l de $C_8H_5KO_4$ (cf. 6.6) dans environ 60 ml tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Compléter à 100 ml avec du tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Conserver cette solution à 4 °C dans une bouteille ambrée. Refaire la solution chaque semaine.

6.12. Solution de vérification pour un pourcentage de transmittance de 62 %

Dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 30,0 ml de solution étalon intermédiaire de 100 mg/l de $C_8H_5KO_4$ (cf. 6.6) dans environ 60 ml tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Compléter à 100 ml avec du tampon phosphate pH 7,0 (cf. 6.4). Conserver cette solution à 4 °C dans une bouteille ambrée. Refaire la solution chaque semaine.

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 DU MATÉRIEL

Aucune préparation spéciale n'est requise pour cette analyse. Le matériel utilisé pour les solutions étalons est nettoyé selon la procédure interne de lavage DR-09-01-SCS-03, intitulée « Protocole de lavage », et les cellules de quartz utilisées pour le dosage sont rincées à l'eau ultrapure et séchées avec un chiffon doux.

7.2. DOSAGE

- Mettre l'appareil sous tension et attendre que l'appareil effectue sa séquence de démarrage. Une fois la séquence de démarrage terminée, attendre 30 minutes afin de laisser la lampe UV se réchauffer et se stabiliser.
- Vérifier que la longueur d'onde indiquée par l'appareil est bien de 254 nm. Si une longueur d'onde différente est indiquée, l'ajuster à 254 nm de la façon inscrite dans le manuel d'utilisation de l'instrument.
- Calibrer le 100 % de transmittance de l'appareil de la façon suivante :
 - Placer la cuvette remplie d'eau ultrapure dans le support à cuvette.
 - Appuyer sur le bouton « Measure Blank ». Lorsque la mesure est terminée, le message « Measure Blank » disparaît. Il est maintenant possible de mesurer les échantillons.
- Pour effectuer les mesures, procéder de la façon suivante :
 - Agiter l'échantillon et, en prenant soin de manipuler la cuvette par les côtés givrés, rincer la cellule de quartz avec l'échantillon. Par la suite, remplir la cellule

de quartz avec l'échantillon. Boucher la cuvette. Procéder de la même manière avec les échantillons de contrôle.

NOTE – Afin d'éviter que les cuvettes ne s'embuent, s'assurer que les échantillons et les matériaux de référence sont à la température ambiante avant de procéder aux mesures.

- Mesurer l'absorbance d'un blanc (100 % de transmittance). Le blanc utilisé est de l'eau ultrapure. Son pourcentage de transmittance devrait être d'environ 100 %.
- Vérifier le pourcentage de transmittance UV_{254} avant chaque série de mesures avec les solutions de vérification (cf. 6.7 à 6.11). La solution de vérification pour un pourcentage de transmittance de 62 % (cf. 6.12) est utilisée seulement lorsqu'un échantillon a un pourcentage de transmittance inférieur à 70 %.
- Tenir la cuvette par les côtés givrés et essuyer les côtés lisses au moyen d'un tissu doux afin de ne pas laisser un film gras ou de la poussière.
- Placer la cuvette dans le puits de mesure et fermer le capot.
- Effectuer la lecture lorsque l'échantillon est stable (attendre environ 2 secondes) et noter le résultat.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les valeurs de pourcentages de transmittance sont données directement par l'appareil.

Tracer un graphique de la transmittance obtenue en fonction de la transmittance théorique qui est identifiée pour chaque étalon (cf. 6.7 à 6.12) et calculer le coefficient de corrélation.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

9.1. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence et échantillons de contrôle	<u>La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts type. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts type.</u>
Duplicata et répliqués	Les valeurs obtenues ne doivent pas différer de plus de 10 % de la valeur moyenne de la concentration analysée.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de quantification.
Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (R) est supérieur 0,99.

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

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Edition, 1998.

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

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT DU QUÉBEC, Guide de conception des installations de production d'eau potable, 2002.