

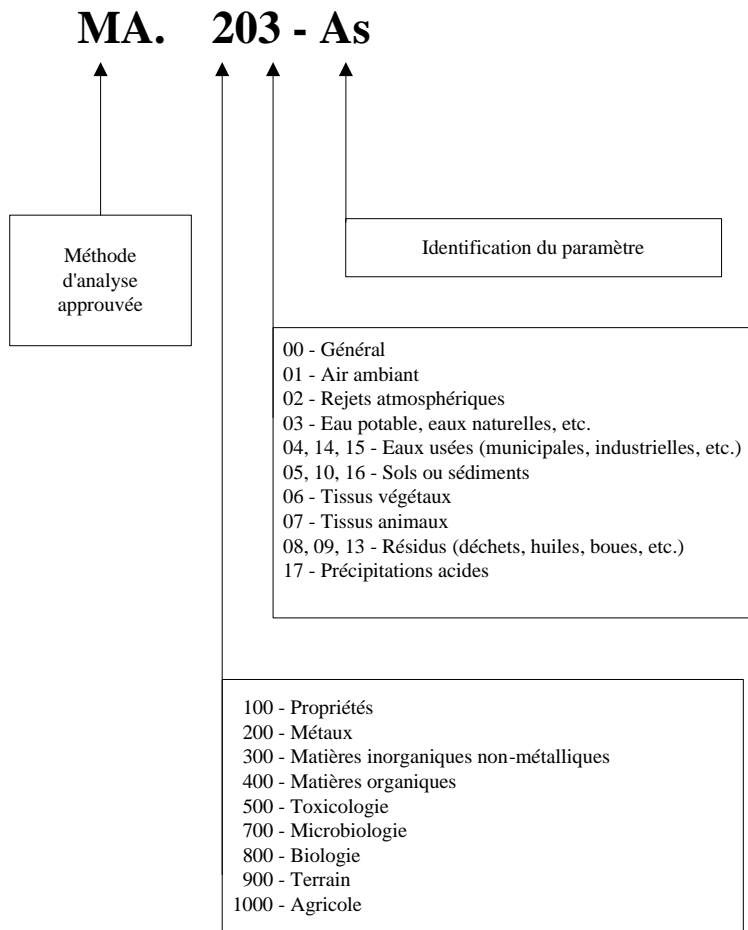
Méthode d'analyse



MA. 200 – Mét. 1.2

Détermination des métaux : méthode par spectrométrie
de masse à source ionisante au plasma d'argon

Comment fonctionne la codification?



Note – Les méthodes publiées avant le 14 janvier 2014 ont deux chiffres à la fin de la codification de la méthode (ex. : MA. 203 – As 3.4). Le premier chiffre désigne le numéro de la méthode (3) et le deuxième chiffre désigne le numéro de l'édition (4).

Référence à citer :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination des métaux : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon. MA. 200 – Mét 1.2, Rév. 5, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 2014, 36 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, 2014

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. INTERFÉRENCE	6
4. CONSERVATION	6
4.1. Métaux dissous dans les échantillons aqueux	6
4.2. Métaux solubles à l'acide dans les échantillons aqueux	6
4.3. Métaux extractibles dans les échantillons aqueux	6
4.4. Solides et frottis	7
4.5. Lixiviation	7
4.6. Huiles	7
4.7. Jauges à poussières	7
4.8. Rejets à l'atmosphère	7
4.8.1. Filtres	7
4.8.2. Buse et sonde	7
4.8.3. Barboteur	8
4.9. Filtre de l'air ambiant	8
5. APPAREILLAGE	8
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	8
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	17
7.1. Préparation de l'échantillon	17
7.1.1. Métaux dissous	17
7.1.2. Métaux solubles à l'acide	17
7.1.3. Métaux extractibles	17
7.1.3.1 Métaux extractibles dans les eaux (sauf l'argent)	17
7.1.3.2 Argent extractible dans les eaux	18
7.1.3.3 Métaux extractibles dans les sols et résidus solides (sauf le mercure)	18
7.1.3.4 Métaux extractibles dans les boues, sédiments et tissus végétaux (sauf l'argent et le mercure)	19
7.1.3.5 Argent extractible dans les solides	19
7.1.3.6 Mercure extractible dans les solides	20
7.1.3.7 Métaux extractibles dans les huiles	20
7.1.3.8 Métaux extractibles dans les frottis	21
7.1.3.9 Métaux extractibles dans les jauges à poussière	21
7.1.3.10 Métaux extractibles dans les rejets à l'atmosphère	21
7.1.3.11 Métaux extractibles dans les filtre pour l'air ambiant	22
7.1.4. Métaux lixiviés	23

7.2.	Étalonnage de l'instrument	23
7.3.	Dosage	23
7.3.1.	Pour le mercure	23
7.3.2.	Pour l'argent	24
7.3.3.	Pour les métaux dans les huiles	24
7.4.	Préparation spéciale de la verrerie	24
8.	CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	25
8.1.	Échantillons liquides	25
8.2.	Échantillons solides	25
8.3.	Huiles	26
8.4.	Frottis, filtres, jauge et buse-sonde	26
8.5.	Filtre de l'air ambiant	26
8.6.	Calcul de la dureté	27
9.	CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	28
10.	BIBLIOGRAPHIE	28
	ANNEXE	31

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 – Métaux dissous et métaux solubles à l'acide	31
Tableau 2 – Métaux extractibles dans l'eau	32
Tableau 3 – Métaux extractibles dans les solides autres que les boues	33
Tableau 4 – Métaux dissous dans les lixiviats	34
Tableau 5 – Métaux extractibles dans les huiles	34
Tableau 6 – Métaux extractibles dans l'air	34
Tableau 7 – Métaux extractibles dans les boues	36

INTRODUCTION

Les principales émissions dans l'environnement de métaux proviennent de l'industrie minière et métallurgique. L'ingestion des métaux par l'homme peut être à l'origine d'empoisonnements aigus ou chroniques. La voie gastro-intestinale, le système nerveux, le système cardio-vasculaire, l'appareil respiratoire et la peau sont les principaux systèmes affectés par l'exposition chronique de certains métaux.

La présence de métaux sur les particules contenues dans l'air peut être liée à l'industrialisation. Les principales sources de métaux dans l'environnement sont les émissions de l'industrie sidérurgique et des industries connexes, des émissions d'automobiles et des usines produisant de l'énergie à partir de la combustion du charbon. L'ingestion d'une grande quantité de métaux tels le cadmium, chrome, cobalt, cuivre, fer, magnésium, manganèse, nickel, plomb, vanadium et zinc peut provoquer des troubles du système nerveux, du système respiratoire et du système sanguin et peut même être mortelle pour certains animaux.

Les échantillons sont traités conformément aux recommandations de l'annexe 4 du document intitulé *Terminologie recommandée pour l'analyse des métaux*. Les métaux dissous sont obtenus après filtration de l'échantillon sur une membrane de 0,45 µm, les métaux solubles à l'acide sont obtenus après une légère acidification de l'échantillon puis une filtration, les métaux extractibles sont obtenus après une minéralisation partielle à chaud et les métaux totaux sont obtenus après minéralisation complète de l'échantillon. Les métaux totaux ne sont pas couverts par cette méthode, car ils sont peu demandés en analyse environnementale.

Cette méthode est basée sur différentes méthodes provenant de l'EPA (méthodes 200.8, 3050, 6020) ainsi que du *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des métaux dans les échantillons aqueux, les rejets atmosphériques, les solides et les huiles. Les limites de détection rapportées et le domaine d'application pour chacun des métaux dans les différentes natures sont indiqués en annexe. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées aux échantillons avant le dosage.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Dans une première étape, l'échantillon est traité de façon à solubiliser les métaux présents dans la matrice. Dans une seconde étape, le dosage est effectué à l'aide d'un spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon (ICP-MS). L'échantillon est entraîné dans un plasma d'argon par l'intermédiaire d'une pompe péristaltique et d'un nébuliseur. Les métaux contenus dans l'échantillon sont atomisés et ionisés dans le plasma. Les ions produits sont introduits dans la chambre du spectromètre de masse où ils sont dirigés par une série de plaques métalliques chargées, séparés par un quadropôle, pour être finalement captés par un détecteur.

La concentration d'un élément à une masse spécifique est déterminée par comparaison entre les quantités d'ions captés entre l'échantillon et des solutions étalons.

3. INTERFÉRENCE

Les interférences les plus fréquentes sont les interférences polyatomiques et isobariques (ions ou molécules dont la masse est la même que celle mesurée). Ces interférences peuvent être corrigées à l'aide d'équations. Par exemple, le sodium interfère sur le ^{62}Ni et le ^{23}Na interfère sur le ^{56}Fe .

Un autre type d'interférence est la quantité totale de solides dissous présents dans l'échantillon analysé qui ne doit pas dépasser environ 0,1 % (P/V).

Dans le cas du mercure, on trouve également un effet de mémoire important. L'addition d'or vise à minimiser cet effet de mémoire.

4. CONSERVATION

Conserver l'échantillon dans un contenant de plastique ou de verre exempt de contaminants sauf pour :

- Les échantillons d'huiles, les filtres utilisés pour les rejets atmosphériques et les échantillons provenant des buses et sondes (rejets atmosphériques) sont conservés dans un contenant de verre.
- Les filtres utilisés pour l'échantillonnage de l'air ambiant sont pliés en quatre après l'échantillonnage et conservés dans une enveloppe.

4.1. MÉTAUX DISSOUS DANS LES ÉCHANTILLONS AQUEUX

La filtration sur une membrane de $0,45\ \mu\text{m}$ doit se faire le plus rapidement possible sur le terrain. S'il est impossible d'effectuer la filtration sur le terrain, filtrer au laboratoire dans les 24 heures après le prélèvement. Après la filtration, acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ avec de l'acide nitrique et conserver en réfrigérant entre $0\ ^\circ\text{C}$ et $6\ ^\circ\text{C}$. Le délai de conservation entre la filtration et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours pour le mercure et 6 mois pour les autres métaux.

4.2. MÉTAUX SOLUBLES À L'ACIDE DANS LES ÉCHANTILLONS AQUEUX

Acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ avec de l'acide nitrique. Filtrer dans les 48 heures sur une membrane de $0,45\ \mu\text{m}$ et conserver en réfrigérant entre $0\ ^\circ\text{C}$ et $6\ ^\circ\text{C}$. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours pour le mercure et 6 mois pour les autres métaux.

4.3. MÉTAUX EXTRACTIBLES DANS LES ÉCHANTILLONS AQUEUX

Acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ avec de l'acide nitrique et conserver en réfrigérant entre $0\ ^\circ\text{C}$ et $6\ ^\circ\text{C}$. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours pour le mercure et 6 mois pour les autres métaux.

4.4. SOLIDES ET FROTTIS

Aucun agent de préservation n'est requis et conserver **en réfrigérant entre 0 °C et 6 °C**. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

4.5. LIXIVIATION

Pour l'application du Règlement sur les matières dangereuses, les renseignements sur les modes de prélèvement de conservation des échantillons sont présentés dans le document DR-09-01, intitulé *Modes de prélèvement et de conservation des échantillons relatifs à l'application du Règlement sur les matières dangereuses*.

4.6. HUILES

Conserver l'échantillon **en réfrigérant entre 0 °C et 6 °C**. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

4.7. JAUGES À POUSSIÈRES

Lors de l'exposition, les jauges doivent contenir les solutions suivantes :

- en été : environ 1 500 ml d'une solution de NH₄Cl 1 mg/l est ajouté à la jauge;
- en hiver : environ 500 ml de méthanol 50 % (V/V) est ajouté à la jauge.

Pour plus de détails, se référer à la méthode MA. 101 – R.P. 1.0 intitulé *Détermination des retombées de poussières dans l'air ambiant: méthode gravimétrique*. Après l'exposition, conserver les jauges à la température ambiante. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

4.8. REJETS À L'ATMOSPHERE

4.8.1. Filtres

Aucun agent de préservation n'est requis. Conserver les échantillons à la température ambiante. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 1 an. Conserver les filtres au dessiccateur.

4.8.2. Buse et sonde

Aucun agent de préservation n'est requis et conserver **en réfrigérant entre 0 °C et 6 °C**. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

4.8.3. Barboteur

Acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ avec de l'acide nitrique et conserver **en réfrigérant entre 0 °C et 6 °C**. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours pour le mercure et 6 mois pour les autres métaux.

4.9. FILTRE DE L'AIR AMBIANT

Aucun agent de préservation n'est requis. Conserver les échantillons à la température ambiante. Le délai de conservation entre le prélèvement du filtre et l'analyse ne doit pas excéder 1 an.

5. APPAREILLAGE

- 5.1. Spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon, muni d'un échantillonneur automatique
- 5.2. Plaque chauffante (solides, frottis, rejet à l'atmosphère, jauges, argent)
- 5.3. Bloc digesteur à **95 ± 3 °C** (liquides aqueux) et **105 ± 3 °C** (mercure dans les solides)
- 5.4. Poinçon en acier inoxydable de 37 mm de diamètre (filtre de l'air ambiant)
- 5.5. Bain à ultrasons pouvant atteindre 60 ± 3 °C (filtre de l'air ambiant)
- 5.6. Étuve
- 5.7. Appareil de filtration sous vide
- 5.8. **Burette automatique**
- 5.9. **Contenant de plastique de 50 ml gradué à 40 ml**
- 5.10. **Tamis de 2 mm**

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 étalons est de 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 s'il y a un changement de couleur à la solution ou s'il y a formation d'un précipité.

Réactifs pour digestion

6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)

6.2. Acide nitrique, HNO₃ (CAS n° 7697-37-2)

6.3. Acide sulfurique, H₂SO₄ (CAS n° 7664-93-9)

6.4. Anti-mousse “antifoam B” ou équivalent

6.5. Peroxyde d’hydrogène 30 % (V/V), H₂O₂ (CAS n° 7722-84-1)

6.6. Solution d’acide nitrique 50 % (V/V)

Dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer 250 ml d’acide nitrique (cf. 6.2) dans environ 200 ml d’eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l’eau.

6.7. Solution d’acide nitrique 20 % (V/V)

Dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer 100 ml d’acide nitrique (cf. 6.2) dans environ 300 ml d’eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l’eau.

6.8. Solution d’acide nitrique 1 % (V/V)

Dans un contenant de plastique jaugé à environ 1 litre, diluer 10 ml de d’acide nitrique (cf. 6.2) dans 700 ml d’eau et compléter au trait de jauge avec de l’eau. Cette solution est également utilisée pour diluer les échantillons et pour l’entretien des cônes.

6.9. Solution d’acide chlorhydrique 50 % (V/V)

Dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer 250 ml d’acide chlorhydrique (cf. 6.1) dans environ 200 ml d’eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l’eau.

Cette solution se conserve un mois.

6.10. Solution d’acide chlorhydrique 20 % (V/V)

Dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer 100 ml d’acide chlorhydrique (cf. 6.1) dans environ 300 ml d’eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l’eau.

Cette solution se conserve un mois.

6.11. Solution d’acide nitrique 1% (V/V) et d’acide chlorhydrique 1% (V/V)

Dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer 2 ml d’acide nitrique (cf. 6.2) dans environ 150 ml d’eau. Laisser refroidir, ajouter 2 ml d’acide chlorhydrique (cf. 6.1). Laisser refroidir et compléter lentement au trait de jauge avec de l’eau.

6.12. Solution extractive pour filtre de l'air ambiant

Diluer 130 ml de d'acide nitrique (cf. 6.2) et 372 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1) dans environ 1 400 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

6.13. Solution d'or de 100 mg/l utilisée pour l'extraction du mercure dans les solides

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire à l'aide de pipettes ou de micropipettes 10 ml de la solution étalon de 1000 mg/l d'or (cf. 6.37) et 1 ml de HNO₃ (cf. 6.2). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Solutions étalons

NOTE – Les solutions étalons commerciales sont de 1 000 mg/l ou 10 000 mg/l et de qualités spectroscopiques. Des solutions commerciales multiéléments peuvent être utilisées.

6.14. Solution étalon d'antimoine

6.15. Solution étalon d'aluminium

6.16. Solution étalon d'argent

6.17. Solution étalon d'arsenic

6.18. Solution étalon de baryum

6.19. Solution étalon de béryllium

6.20. Solution étalon de bismuth

6.21. Solution étalon de bore

6.22. Solution étalon de cadmium

6.23. Solution étalon de calcium

6.24. Solution étalon de cérium

6.25. Solution étalon de chrome

6.26. Solution étalon de cobalt

6.27. Solution étalon de cuivre

6.28. Solution étalon d'étain

6.29. Solution étalon de fer

6.30. Solution étalon d'indium

- 6.31. Solution étalon de lithium
- 6.32. Solution étalon de magnésium
- 6.33. Solution étalon de manganèse
- 6.34. Solution étalon de mercure
- 6.35. Solution étalon de molybdène
- 6.36. Solution étalon de nickel
- 6.37. Solution étalon d'or
- 6.38. Solution étalon de plomb
- 6.39. Solution étalon de potassium
- 6.40. Solution étalon de Praséodymium
- 6.41. Solution étalon de scandium
- 6.42. Solution étalon de sélénium
- 6.43. Solution étalon de silicium
- 6.44. Solution étalon de sodium
- 6.45. Solution étalon de strontium
- 6.46. Solution étalon de tellure
- 6.47. Solution étalon de thallium
- 6.48. Solution étalon de titane
- 6.49. Solution étalon d'uranium
- 6.50. Solution étalon de vanadium
- 6.51. Solution étalon d'yttrium
- 6.52. Solution étalon de zinc
- 6.53. Solution mère 1, As, Sn et Se de 5 mg/l et Pb de 50 mg/l

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 5 mg/l en As, Se et Sn et de 50 mg/l en Pb dans un milieu d'acide nitrique 2 % (V/V) et d'acide chlorhydrique 1 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique (cf. 6.2), 1 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1), 500 µl des solutions étalons d'arsenic (cf. 6.17), d'étain (cf. 6.28) et de sélénium (cf. 6.42) de 1 000 mg/l et 500 µl de la solution étalon de plomb (cf. 6.38) de 10 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

- 6.54. Solution mère 2, Be, Cd, Co et U de 5 mg/l et Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Sr, V et Zn de 50 mg/l

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 5 mg/l en Be, Cd, Co et U et de 50 mg/l en Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Sr, V et Zn dans un milieu d'acide nitrique 1 % (V/V) ou utiliser une solution commerciale.

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 1 ml d'acide nitrique (cf. 6.2), 500 µl des solutions étalons de béryllium (cf. 6.19), de cadmium (cf. 6.22), de cobalt (cf. 6.26) et d'uranium (cf. 6.49) de 1 000 mg/l et 5 ml des solutions étalons d'aluminium (cf. 6.15), de bore (cf. 6.21), de chrome (cf. 6.25), de cuivre (cf. 6.27), de fer (cf. 6.29), de potassium (cf. 6.39), de magnésium (cf. 6.32), de manganèse (cf. 6.33), de sodium (cf. 6.44), de nickel (cf. 6.36), de strontium (cf. 6.45), de vanadium (cf. 6.50) et de zinc (cf. 6.52) de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

- 6.55. Solution mère 3, Ba et Ca de 50 mg/l et Ag, Mo et Sb de 5 mg/l

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 50 mg/l en Ba et Ca et de 5 mg/l d'Ag, Mo et Sb dans un milieu d'acide nitrique 2 % (V/V) ou utiliser une solution commerciale.

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique (cf. 6.2), 5 ml des solutions étalons de baryum (cf. 6.18), de calcium (cf. 6.23) de 1 000 mg/l et 500 µl des solutions étalons d'argent (cf. 6.16), de molybdène (cf. 6.35) et d'antimoine (cf. 6.14) de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

- 6.56. Solutions étalons combinées de métaux

Le tableau suivant donne les concentrations à obtenir pour chaque métal ainsi qu'un exemple des volumes des solutions mères 1, 2 et 3 et d'acide nitrique à utiliser.

Solution étalon	Élément	Conc. finale (mg/l)	Volume solution mère 1 (cf. 6.53) (ml)	Volume solution mère 2 (cf. 6.54) (ml)	Volume solution mère 3 (cf. 6.55) (ml)	Volume HNO ₃ (cf. 6.2) (ml)	Volume final (ml)
1	Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, V, Zn As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	0,05 0,005	0,1	0,1	0	1	100
2	Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, V, Zn As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	0,5 0,05	1	1	0	1	100
3	Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, V, Zn As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	2 0,2	4	4	0	1	100
4	Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, V, Zn As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	5 0,5	10	10	0	1	100
5	Ba, Ca Ag, Mo, Sb	0,05 0,005	0	0	0,1	1	100
6	Ba, Ca Ag, Mo, Sb	0,5 0,05	0	0	1	1	100
7	Ba, Ca Ag, Mo, Sb	2 0,2	0	0	4	1	100
8	Ba, Ca Ag, Mo, Sb	5 0,5	0	0	10	1	100
9	Tous les métaux	0	0	0	0	1	100

NOTE – Il est recommandé d'utiliser des fioles jaugées en polypropylène.

Ces solutions se conservent 1 mois.

6.57. Solution mère de mercure de 100 µg/l

Dans un ballon jaugé de 500 ml, ajouter un peu d'eau, 5 ml d'acide nitrique (cf. 6.2) et 50,0 µl de la solution étalon de mercure de 1 000 mg/l (cf. 6.34). Compléter avec de l'eau au trait de jauge.

Cette solution se conserve 48 heures.

6.58. Solution intermédiaire de mercure de 1,0 µg/l (bas niveaux)

Préparer une dilution par 100 en milieu d'acide nitrique 1 % (V/V) (cf. 6.8) de la solution mère de mercure de 100 µg/l (cf. 6.57).

Cette solution se conserve 48 heures.

6.59. Solutions étalons de mercure

Les tableaux suivants donnent les concentrations à obtenir ainsi qu'un exemple des dilutions requises pour préparer les solutions étalons de mercure pour les plages de haut et bas niveaux.

Haut niveau

Solution étalon	Préparation à partir de la solution de concentration ($\mu\text{g/l}$)	Facteur de dilution	Concentration finale ($\mu\text{g/l}$)
1	100 (cf. 6.57)	10	10,0
2	100 (cf. 6.57)	50	2,0
3	10,0 (cf. 6.59 solution 1)	50	0,2
4	0	Aucune dilution	0

Ces solutions doivent être préparées immédiatement avant leur utilisation.

NOTE – La préparation des solutions étalons se fait en utilisant de l'acide nitrique 1 % (V/V) (cf. 6.8) comme diluant.

Bas niveau

Solution étalon	Préparation à partir de la solution de concentration ($\mu\text{g/l}$)	Facteur de dilution	Concentration finale ($\mu\text{g/l}$)
1	1,0 (cf. 6.58)	10	0,10
2	1,0 (cf. 6.58)	20	0,05
3	1,0 (cf. 6.58)	50	0,02
4	0	Aucune dilution	0

Ces solutions doivent être préparées immédiatement avant leur utilisation.

NOTE – La préparation des solutions étalons se fait en utilisant de l'acide nitrique 1 % (V/V) (cf. 6.8) comme diluant.

6.60. Solution mère métaux complémentaires Li, Si, Te, Ti et Tl de 50 mg/l et de Bi de 0,5 mg/l

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 50 mg/l en Li, Si, Te, Ti, Tl et de 0,5 mg/l de Bi dans un milieu d'acide nitrique 2 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique (cf. 6.2) et 5 ml des solutions étalons de lithium (cf. 6.31), de silicium (cf. 6.43), de tellure (cf. 6.46), de titane (cf. 6.48), de thallium (cf. 6.47) de 1000 mg/l et de 0,05 ml de bismuth de 1000 mg/l (cf. 6.20). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.61. Solutions étalons de métaux complémentaires

Le tableau suivant donne les concentrations à obtenir ainsi qu'un exemple des dilutions requises pour préparer les solutions étalons de métaux complémentaires.

Solution étalon	Volume de solution mère métaux complémentaires (cf. 6.60) (ml)	Volume final (ml)	Volume de HNO ₃ (cf. 6.2) (ml)	Concentration finale de Bi (mg/l)	Concentration finale des autres métaux (mg/l)
1	0	100	1	0	0
2	0,10	100	1	0,0005	0,05
3	1,0	100	1	0,005	0,5
4	4,0	100	1	0,02	2
5	10,0	100	1	0,05	5

NOTE – Il est recommandé d'utiliser des fioles jaugées en polypropylène.

Ces solutions se conservent 1 mois.

6.62. Solution mère d'indium de 5 mg/l

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 5 mg/l en In dans un milieu d'acide nitrique 2 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique (cf. 6.2) et 0,5 ml de la solution étalons d'indium (cf. 6.30) de 1000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.63. Solutions étalons d'indium

Le tableau suivant donne les concentrations à obtenir ainsi qu'un exemple des dilutions requises pour préparer les solutions étalons d'indium.

Solution étalon	Volume de solution mère d'indium (cf. 6.62) (ml)	Volume final (ml)	Volume de HNO ₃ (cf. 6.2) (ml)	Concentration finale d'In (mg/l)
1	0	100	1	0
2	0,10	100	1	0,005
3	1,0	100	1	0,05
4	4,0	100	1	0,20
5	10,0	100	1	0,50

NOTE – Il est recommandé d'utiliser des fioles jaugées en polypropylène.

Ces solutions se conservent 1 mois.

Réactifs pour l'instrument

6.64. Solution de standards internes de 1 mg/l en Sc, Y et Pr

Dans un contenant de plastique jaugé à 1 000 ml, introduire, à l'aide de pipettes **ou de micropipettes**, 1 ml des solutions étalons de scandium (*cf.* 6.41), d'yttrium (*cf.* 6.51) et de **praséodyme** (*cf.* 6.40) de 1 000 mg/l, et 10 ml de HNO₃ (*cf.* 6.2). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.65. Solution mère de calibration (facteur P/A)

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire **environ** 200 ml d'eau, 50 ml de HNO₃ (*cf.* 6.2) et 50 µl des solutions mères de 10 000 mg/l (ou 500 µl des solutions mères de 1 000 mg/l) des métaux suivants: Ba, Cd, Fe, Mn, Pb, Sn, Tl, Al, Be, Co, K, Mo, Sb, Sr, U, As, Bi, Cr, Li, Na, Se, Te, V, B, **Ca**, Cu, Mg, Ni, Si, Ti, Zn. Compléter à environ 450 ml avec de l'eau puis ajouter **50 µl de la solution mère d'Ag de 10 000 mg/l (ou 500 µl de la solution mère de 1 000 mg/l)**. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.66. Solutions de calibration (facteur P/A)

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, **à l'aide d'une pipette ou d'une micropipette**, 10 ml de la solution mère de calibration (P/A facteur) (*cf.* 6.65). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.67. Solution mère de calibration

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, **à l'aide de pipettes ou de micropipettes**, 1 ml des solutions étalons de 1000 mg/l de cérium (*cf.* 6.24), de cobalt (*cf.* 6.26), de lithium (*cf.* 6.31), de thallium (*cf.* 6.47), d'yttrium (*cf.* 6.51) et 1 ml d'acide nitrique (*cf.* 6.2). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.68. Solution de calibration

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire 50 µl de la solution mère de calibration (*cf.* 6.67) et 5 ml d'acide nitrique (*cf.* 6.2). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.69. Solution d'or de 10 mg/l

Préparer 5 ml d'une dilution par 100 en milieu acide nitrique 1 % (V/V) (*cf.* 6.8) d'une solution d'or de 1 000 mg/l (*cf.* 6.37).

Cette solution se conserve 48 heures.

6.70. Solution d'or de 1 mg/l

Préparer 5 ml d'une dilution par 10 en milieu acide nitrique 1 % (V/V) (cf. 6.8) d'une solution d'or de 10 mg/l (cf. 6.69).

Cette solution se conserve 48 heures.

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

Une solution témoin est préparée de la même façon que les échantillons.

7.1.1. Métaux dissous

- L'échantillon est filtré sur une membrane de 0,45 µm. Acidifier au besoin avec de l'acide nitrique (cf. 6.2) pour obtenir un échantillon à pH < 2.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.2. Métaux solubles à l'acide

- L'échantillon acidifié est filtré sur une membrane de 0,45 µm. Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.3. Métaux extractibles

NOTE – Les préparations suivantes doivent se faire sous une hotte.

NOTE – Les acides ou le peroxyde sont ajoutés en utilisant une burette ou une micropipette selon la disponibilité.

7.1.3.1 Métaux extractibles dans les eaux (sauf l'argent)

NOTE – Pour les rejets liquides basiques, acidifier avec précaution l'échantillon avec de l'acide nitrique jusqu'à pH inférieur à 2.

- Introduire 40 ml d'échantillon préalablement homogénéisé dans un tube de 50 ml **gradué à 40 ml.**

- Ajouter 0,8 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (cf. 6.10) et 0,8 ml d'acide nitrique 20 % (V/V) (cf. 6.7).
- Fermer le tube, agiter et faire chauffer dans le bloc digesteur à 95 °C pendant 2 heures.
- Laisser refroidir et décantier.

7.1.3.2 Argent extractible dans les eaux

NOTE – Pour les rejets liquides basiques, acidifier avec précaution l'échantillon avec de l'acide nitrique jusqu'à pH inférieur à 2.

- Dans un bécher, introduire **à la pipette** 5 ml d'échantillon préalablement homogénéisé et **environ** 45 ml d'eau.
- Ajouter 2 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.6) et 10 ml d'acide chlorhydrique 50 % (V/V) (cf. 6.9).
- Chauffer sur une plaque chauffante pour diminuer le volume de moitié. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 50 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.3.3 Métaux extractibles dans les sols et résidus solides (sauf **le mercure**)

- Pour les échantillons de sols, tamiser si nécessaire, l'échantillon avec un tamis de 2 mm.
- Dans un bécher, peser précisément environ 1,00 g de solide préalablement homogénéisé et séché à 105 °C.
- Ajouter 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.6) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (cf. 6.10).
- Couvrir le bécher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux **sur une plaque chauffante** pendant 30 minutes sans agiter. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.3.4 Métaux extractibles dans les boues, sédiments et tissus végétaux (sauf l'argent et le mercure)

- Dans un bécher, peser précisément environ 0,50 g d'échantillon préalablement homogénéisé et séché à 105 °C. Ajouter 10 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.6), mélanger et couvrir d'un verre de montre.
- Chauffer à reflux sur une plaque chauffante pendant 10 à 15 minutes, sans ébullition. Laisser refroidir, ajouter 5 ml d'acide nitrique (cf. 6.2), couvrir d'un verre de montre et chauffer à reflux pendant 30 minutes.
- Laisser refroidir, ajouter 5 ml d'acide nitrique (cf. 6.2), couvrir d'un verre de montre et chauffer à reflux pendant 30 minutes au seuil de l'ébullition afin d'assurer l'oxydation complète à l'acide nitrique. Laisser refroidir puis rincer le verre de montre avec un peu d'eau. Remettre sur la plaque et laisser évaporer sans ébullition jusqu'à un volume d'environ 5 ml sur une plaque chauffante.
- Laisser refroidir, puis ajouter 2 ml d'eau et 3 ml de peroxyde d'hydrogène 30 % (V/V) (cf. 6.5). Placer le bécher sur une plaque chauffante pour réchauffer l'échantillon pour démarrer l'oxydation en évitant les pertes pouvant être occasionnées par une effervescence vigoureuse.
- Continuer le chauffage jusqu'à ce que l'effervescence diminue.
- Continuer l'ajout de peroxyde d'hydrogène 30 % (V/V) (cf. 6.5) par portion de 1 ml jusqu'à un volume de 10 ml.
- Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1) et 10 ml d'eau. Couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer à reflux pendant 15 minutes sans ébullition.
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.3.5 Argent extractible dans les solides

La détermination de l'argent dans les solides se fait selon les indications données à la section 7.1.3.3.

7.1.3.6 Mercure **extractible** dans les solides

Note – Déterminer le pourcentage d'humidité sur une autre portion de l'échantillon.

- Pour les échantillons de sols, tamiser, si nécessaire, l'échantillon avec un tamis de 2 mm.
- Dans un tube de 50 ml, peser précisément environ **1,00 g** de solide non séché préalablement homogénéisé.
- Ajouter **environ** 10 ml d'eau, 150 µl d'une solution d'or de 100 mg/l (cf. 6.13) et 1 ou 2 gouttes d'anti-mousse (cf. 6.4). Agiter manuellement entre chaque ajout.
- Ajouter 4 ml de HCl (cf. 6.1), 2 ml de HNO₃ (cf. 6.2) et 2,5 ml de H₂O₂ 30 % (cf. 6.5). Agiter manuellement entre chaque ajout.
- **Couvrir le tube d'un verre de montre en plastique et attendre 10 minutes**
- Placer les tubes dans le bloc à 105 °C et chauffer à reflux pendant 60 minutes.
- Laisser refroidir à la température ambiante, **rincer le verre de montre avec de l'eau** et compléter à 50 ml avec de l'eau.
- Décanter avant dosage.

7.1.3.7 Métaux extractibles dans les huiles

NOTE – L'échantillon ne doit pas contenir d'eau, car il peut y avoir risque de projection soudaine pendant la digestion. En cas de doute sur la nature de l'échantillon, utiliser la digestion décrite au point 7.1.3.1.

- Peser **précisément** environ 0,250 g d'échantillon préalablement homogénéisé dans un bécher de 150 ml.
- Ajouter 9 ml d'acide nitrique (cf. 6.2), 2 ml d'acide sulfurique (cf. 6.3) et agiter.
- Couvrir le bécher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux **sur une plaque chauffante** pendant 1 heure sans agiter.
- Laisser refroidir et rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Ajouter 2,0 ml de peroxyde **d'hydrogène 30 % (V/V)** (cf. 6.5). Placer le bécher sur une plaque chauffante et chauffer presque à ébullition pendant 15 minutes.
- Laisser refroidir et filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans la fiole.
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.3.8 Métaux extractibles dans les frottis

- Découper le tampon en morceaux ou en lanières et les déposer dans un bécher.
- Ajouter 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.6) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (cf. 6.10). Si tout le liquide est absorbé, ajouter les acides en gardant les mêmes proportions jusqu'à l'apparition d'un surnageant. Préparer un témoin ayant les mêmes quantités d'acide.
- Couvrir le bécher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux **sur une plaque chauffante** pendant 30 minutes sans agiter. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.3.9 Métaux extractibles dans les jauges à poussière

NOTE – S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complète et que toutes les mesures de poids sont enregistrées.

- Utiliser le bécher contenant les particules sèches.
- Ajouter 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.6) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (cf. 6.10).
- Couvrir le bécher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux **sur une plaque chauffante** pendant 30 minutes sans agiter. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.3.10 Métaux extractibles dans les rejets à l'atmosphère

7.1.3.10.1 Filtre

NOTE – S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complète et que toutes les mesures de poids sont enregistrées.

- Découper le filtre en lanières et les déposer dans un bécher.
- Ajouter 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.6) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (cf. 6.10). Si tout le liquide est absorbé, ajouter les acides en gardant les mêmes proportions jusqu'à l'apparition d'un surnageant. Préparer un témoin ayant les mêmes quantités d'acide.
- Couvrir le bécher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux **sur une plaque chauffante** pendant 30 minutes sans agiter. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.3.10.2 Buse et sonde

NOTE – S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complète et que toutes les mesures de poids sont enregistrées.

Pour le rinçage de la buse et de la sonde à l'acide nitrique dilué, procéder comme au paragraphe 7.1.3.1. Pour le rinçage à l'acétone, procéder comme au paragraphe 7.1.3.9.

7.1.3.10.3 Barboteur

Procéder comme au paragraphe 7.1.1.

7.1.3.11 Métaux extractibles dans les filtre pour l'air ambiant

NOTE – S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complète et que toutes les mesures de poids sont enregistrées.

- Perforer, avec le poinçon, 2 rondelles de 37 mm de diamètre dans la partie exposée du filtre.
- Placer cette portion du filtre dans un contenant de polyéthylène de 125 ml, ajouter 15 ml de la solution extractive (cf. 6.12) et refermer le couvercle.
- Préchauffer le bain à ultrasons à 60 °C.
- Placer les contenants dans le bain en s'assurant que le niveau du bain soit environ égal à celui du liquide contenu dans les contenants de polyéthylène.
- Extraire les échantillons pendant une heure.

- Retirer les contenants du bain, laisser refroidir et ajouter à la burette 85 ml d'eau. Agiter et laisser reposer pendant au moins 30 minutes.
- Agiter et filtrer à travers un papier filtre Whatman # 41 ou l'équivalent.

7.1.4. Métaux lixiviés

- Préparer l'échantillon et effectuer la lixiviation selon la procédure appropriée (voir méthode MA. 100 – lix.com. 1.1 intitulée *Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques*).

7.2. ÉTALONNAGE DE L'INSTRUMENT

Le spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon est étalonné avant le dosage des échantillons avec les solutions appropriées (cf. 6.56 ou 6.59 ou 6.61 ou 6.63).

7.3. DOSAGE

L'étalonnage de l'instrument est fait à chaque journée d'utilisation.

- Les échantillons sont analysés par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon

NOTE – Après l'étalonnage, les étalons ayant la concentration la plus basse sont analysés pour s'assurer que les LDM puissent être atteintes. La concentration obtenue pour un des métaux de chaque étalon est indiquée sur le formulaire de dosage.

- Pour les échantillons de liquides aqueux, de jauges, de rejets à l'atmosphère diluer par un facteur de 10 avec une solution de HNO₃ 1 % (V/V) (cf. 6.8) avant de les doser et pour les échantillons de solides, de lixiviation, et de boues, diluer par un facteur de 20 avec une solution de HNO₃ 1 % (V/V) (cf. 6.8) avant de les doser.
- Le résultat du ⁶⁰Ni est utilisé lorsque le résultat du ⁶²Ni est supérieur à celui du ⁶⁰Ni. Ce dernier n'est pas influencé par les concentrations élevées en sodium.
- **Lorsque la somme des concentrations de métaux contenues dans la solution dosée est supérieure à 100 mg/l, il est recommandé de diluer l'échantillon.**

7.3.1. Pour le mercure

- Avant de procéder au dosage, aspirer une solution de mercure de 10 µg/l amalgamé à l'or pendant au moins deux minutes. Rincer avec une solution de HNO₃ 1 % et HCl 1 % (cf. 6.11) jusqu'à ce que le signal à la masse 201 se stabilise.
- Mercure à haut niveau : ajouter aux étalons et aux échantillons dilués et non dilués une solution d'or pour obtenir une concentration approximative de 100 µg/l d'or. Par

exemple, ajouter 50 µl d'une solution de 10 mg/l d'or (cf. 6.69) à un volume de 5 ml de solution. **Ne pas ajouter d'or aux échantillons solides.**

- Mercure à bas niveau : ajouter aux étalons et aux échantillons une solution d'or pour obtenir une concentration approximative de 10 µg/l d'or. Par exemple, ajouter 50 µl d'une solution de 1 mg/l d'or (cf. 6.70) à un volume de 5 ml de solution.
- **Pour les échantillons de liquides aqueux, de solides et de lixiviation, diluer par un facteur de 10 avec une solution de HNO₃ 1 % (V/V) (cf. 6.8) avant de les doser et pour les échantillons de rejets à l'atmosphère, diluer par un facteur de 20 avec une solution de HNO₃ 1 % (V/V) (cf. 6.8) avant de les doser.**
- Mercure dans les solides : l'effet de mémoire commence à apparaître lorsqu'un échantillon de plus de 60 mg/kg est analysé.

7.3.2. Pour l'argent

- Pour les solides, le dosage doit être effectué **sur une dilution par un facteur de 10 avec une solution de HNO₃ 1 % (V/V) (cf. 6.8)** dans les 48 heures suivant la digestion.
- Pour les liquides, dans un premier temps, les échantillons ne doivent pas être dilués. Diluer seulement si la concentration obtenue est supérieure à la plus haute solution étalon. Si la concentration d'argent dans le digestat est supérieure à 5 mg/l, redigérer l'échantillon en utilisant un volume d'échantillon plus petit que 5 ml.

7.3.3. Pour les métaux dans les huiles

- Préparer la courbe d'étalonnage (cf. 6.56) dans H₂SO₄ 2 % et HNO₃ 1 %. Dosier le digestat sans dilution. **Le baryum n'est pas dosé dans les huiles.**

7.4. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour la détermination des métaux.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les courbes d'étalonnage (courbes linéaires à l'exception de l'étain qui est quadratique) sont obtenues à partir de la mesure de la quantité d'ions captés pour chacune des masses lors de l'analyse des différentes solutions étalons. Les résultats sont obtenus et traités par un système informatisé de traitement de données.

8.1. ÉCHANTILLONS LIQUIDES

Les résultats de chacun des métaux exprimés en mg/l sont déterminés comme suit :

$$D = \frac{(A - T) \times B}{C} \times F$$

où

- D : concentration du métal dans l'échantillon (mg/l);
- A : concentration du métal dans la solution dosée (mg/l);
- T : concentration du métal dans le témoin (mg/l);
- B : volume final de l'échantillon (ml);
- C : volume initial de l'échantillon (ml);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

8.2. ÉCHANTILLONS SOLIDES

Les résultats de chacun des métaux exprimés en mg/kg base sèche sont déterminés comme suit :

$$D = \frac{(A - T) \times B}{C} \times F$$

où

- D : concentration du métal dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration du métal dans la solution dosée (mg/l);
- T : concentration du métal dans le témoin (mg/l);
- B : volume final de l'échantillon (ml);
- C : poids d'échantillon utilisé exprimé sur base sèche (g);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

8.3. HUILES

Les résultats de chacun des métaux sont exprimés en mg/l ou en mg/kg selon la demande du client comme suit :

Pour les résultats exprimés en mg/l :

$$C = \frac{(A - T) \times B \times F \times D}{E}$$

Pour les résultats exprimés en mg/kg :

$$C = \frac{(A - T) \times B \times F}{E}$$

où

- C : concentration du métal dans l'échantillon;
- A : concentration du métal dans la solution dosée (mg/l);
- T : concentration du métal dans le témoin (mg/l);
- B : volume final de la solution dosée (ml);
- D : densité de l'échantillon (g/ml);
- E : poids de l'échantillon utilisé (g);
- F : facteur de dilution de la solution dosée, si nécessaire.

8.4. FROTTIS, FILTRES, JAUGE ET BUSE-SONDE

Les résultats de chacun des métaux exprimés en mg sont déterminés comme suit :

$$C = \frac{(A - T) \times V \times F}{1000}$$

où

- C : concentration du métal dans l'échantillon (mg);
- A : concentration du métal dans la solution dosée (mg/l);
- T : concentration du métal dans le témoin (mg/l);
- V : volume final (ml);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

8.5. FILTRE DE L'AIR AMBIANT

Les résultats sont exprimés en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ des métaux dosés dans les particules contenues sur le filtre selon l'équation suivante :

$$C = \frac{(A - T) \times 100 \times 1000 \times 20 \times F}{1000 \times V}$$

où

- C : concentration du métal dans l'échantillon ($\mu\text{g}/\text{m}^3$);
- A : concentration du métal dans la solution dosée (mg/l);
- T : concentration du métal dans le témoin (mg/l);
- V : volume d'air échantillonné (m^3);
- 100/1000 : facteur pour le volume;
- 20 : facteur représentant la portion du filtre qui a été extraite (surface exposée/surface prélevée);
- 1000 : facteur de conversion entre mg et μg ;
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

Le volume d'air échantillonné en m^3 est obtenu selon l'équation suivante :

$$V = [(D \times P) + I] \times T \times 60 \times 0,028317$$

où

- V : Volume échantillonné (m^3);
- D : débit d'air lors de l'échantillonnage (pi^3/min);
- P : pente obtenue lors de la calibration de l'échantillonneur;
- I : ordonnée obtenue lors de la calibration de l'échantillonneur;
- T : durée d'échantillonnage (heures);
- 60 : facteur de conversion entre minute et heure;
- 0,028317 : facteur de conversion entre pi^3 et m^3 .

8.6. CALCUL DE LA DURETÉ

Les résultats de la dureté sont calculés par la relation suivante :

$$C = ((A - T) \times 5,56) + ((B - T) \times 2,5) + ((D - T) \times 1,79) + ((E - T) \times 4,12) + ((F - T) \times 1,82) + ((G - T) \times 1,14) + ((H - T) \times 1,53)$$

où

- C : concentration de la dureté dans l'échantillon ($\text{mg}/\text{l CaCO}_3$);
- A : concentration en aluminium dans l'échantillon (mg/l);
- B : concentration en calcium dans l'échantillon (mg/l);
- D : concentration en fer dans l'échantillon (mg/l);
- E : concentration en magnésium dans l'échantillon (mg/l);
- F : concentration en manganèse dans l'échantillon (mg/l);
- G : concentration en strontium dans l'échantillon (mg/l);
- H : concentration en zinc dans l'échantillon (mg/l);
- T : concentration du métal approprié dans le témoin (mg/l).

NOTE – Habituellement, les constituants majeurs de la dureté sont le calcium et le magnésium, donc ces deux termes sont essentiels. Pour les autres éléments, leurs composantes sont habituellement mineures.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont définis au 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 au critère défini par le responsable désigné.
- En ce qui concerne les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères sont définis 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 duplicata ou réplikat des échantillons aqueux ne doivent pas différer de plus de 20 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins 10 fois la limite de quantification. Pour les autres matrices, les duplicata et les répliquats ne doivent pas différer de plus de 30 % entre eux si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.
- Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 70 % et 130 % pour les liquides et de 50 % à 150 % pour les solides.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 22nd Edition, 2012.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination des retombées de poussières dans l'air ambiant: méthode gravimétrique*, MA. 101 – R.P. 1.0, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec. <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>

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. *Modes de prélèvement et de conservation des échantillons relatifs à l'application du Règlement sur les*

matières dangereuses, DR-09-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante.
[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09_01.pdf]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques*, MA. 100 – Lix.com. 1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, 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 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]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Terminologie recommandée pour l'analyse des métaux*, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2012.
[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/Terminologie_métaux.pdf]

EPA. *Test Method for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods*, Method 200.8.

EPA. *Test Method for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods*, Method 3050.

EPA. *Test Method for Evaluating Solid Waste, Physical/chemical Methods*, Method 6020 CLP-M, version 9.

HEWLETT PACKARD. *Determination of Mercury in Drinking Water Samples by ICP-MS Using EPA Method 200.8*, par Elzbieta (Ela) Barowska, December 1997.

ONTARIO MINISTRY OF ENVIRONNEMENT. *Handbook of Analytical Methods for Environmental Samples*, Vol. 1 and 2, 1983.

ANNEXE

NOTE – Les limites de détection indiquées dans les tableaux suivants sont à titre indicatif seulement.

Tableau 1 – Métaux dissous et métaux solubles à l'acide

Éléments	Limite de détection rapportée (mg/l)	Domaine d'application (mg/l)
Ag	0,0005	0,0005 à 5,0
Al	0,005	0,005 à 50
As	0,0002	0,0002 à 5,0
Ba	0,007	0,007 à 50
Be	0,0002	0,0002 à 5,0
Bi	0,001	0,001 à 0,50
B	0,04	0,04 à 50
Ca	0,10	0,10 à 50
Cd	0,0002	0,0002 à 5,0
Co	0,0005	0,0005 à 5,0
Cr	0,0005	0,0005 à 50
Cu	0,001	0,001 à 50
Fe	0,02	0,02 à 50
K	0,1	0,1 à 50
Li	0,001	0,001 à 5,0
Hg	0,0002	0,0002 à 0,100
Mg	0,05	0,05 à 50
Mn	0,0010	0,0010 à 50
Mo	0,005	0,005 à 5,0
Na	0,20	0,20 à 50
Ni	0,0010	0,0010 à 50
Pb	0,0010	0,0010 à 50
Sb	0,0010	0,0010 à 5,0
Se	0,0010	0,0010 à 5,0
Si	0,10	0,10 à 5,0
Sn	0,005	0,005 à 5,0
Sr	0,010	0,010 à 5,0
Te	0,010	0,010 à 5,0
Ti	0,010	0,010 à 5,0
Tl	0,0010	0,0010 à 5,0
U	0,0001	0,0001 à 5,0
V	0,0005	0,0005 à 50
Zn	0,005	0,005 à 50

Tableau 2 – Métaux extractibles dans l'eau

Éléments	Limite de détection rapportée (mg/l)	Domaine d'application (mg/l)
Ag	0,0005	0,0005 à 5,0
Al	0,005	0,005 à 50
As	0,0002	0,0002 à 5,0
Ba	0,007	0,007 à 50
Be	0,0002	0,0002 à 5,0
Bi	0,001	0,001 à 50
B	0,04	0,04 à 50
Ca	0,10	0,10 à 50
Cd	0,0002	0,0002 à 5,0
Co	0,0005	0,0005 à 5,0
Cr	0,0005	0,0005 à 50
Cu	0,001	0,001 à 50
Fe	0,02	0,02 à 50
K	0,1	0,1 à 50
Hg	0,00006	0,00006 à 0,100
Li	0,001	0,001 à 5,0
Mg	0,05	0,05 à 50
Mn	0,0010	0,0010 à 50
Mo	0,005	0,005 à 5,0
Na	0,20	0,20 à 50
Ni	0,001	0,001 à 50
Pb	0,0010	0,0010 à 50
Sb	0,0010	0,0010 à 5,0
Se	0,0010	0,0010 à 5,0
Sn	0,005	0,005 à 5,0
Si	0,10	0,10 à 50
Sr	0,010	0,010 à 5,0
Te	0,010	0,010 à 50
Ti	0,010	0,010 à 50
Tl	0,010	0,010 à 50
U	0,0001	0,0001 à 5,0
V	0,0005	0,0005 à 50
Zn	0,005	0,005 à 50

Tableau 3 – Métaux extractibles dans les solides autres que les boues

Éléments	Limite de détection rapportée (mg/kg)	Domaine d'application (mg/kg)
Ag	3	3 à 500
Al	15	15 à 5000
As	0,2	0,2 à 500
Ba	2	2 à 5000
Be	0,1	0,1 à 500
B	10	10 à 5000
Ca	15	15 à 5000
Cd	0,25	0,25 à 500
Co	1,0	1,0 à 500
Cr	1,0	1,0 à 5000
Cu	2,0	2,0 à 5000
Fe	10	10 à 5000
Hg	0,03	0,03 à 0,5
K	15	15 à 5000
Mg	3	3 à 5000
Mn	1,0	1,0 à 5000
Mo	0,5	0,5 à 500
Na	10	10 à 50
Ni	1,0	1,0 à 5000
Pb	1,0	1,0 à 5000
Sb	5,0	5,0 à 500
Se	0,7	0,7 à 500
Sn	0,5	0,5 à 500
Sr	3	3 à 500
U	0,2	0,2 à 500
V	1,0	1,0 à 5000
Zn	4	4 à 5000

Tableau 4 – Métaux dissous dans les lixiviats

Éléments	Limite de détection rapportée (mg/l)	Domaine d'application (mg/l)
As	0,02	0,02 à 5,0
B	0,2	0,2 à 50
Ba	0,025	0,025 à 50
Cd	0,01	0,01 à 5,0
Cr	0,04	0,04 à 50
Cu	0,03	0,03 à 50
Fe	0,20	0,20 à 50
Hg	0,0005	0,0005 à 0,100
Ni	0,02	0,02 à 50
Pb	0,025	0,025 à 50
Se	0,03	0,03 à 5,0
U	0,01	0,01 à 5,0
Zn	0,1	0,1 à 50

Tableau 5 – Métaux extractibles dans les huiles

Éléments	Limite de détection rapportée (mg/kg)	Domaine d'application (mg/kg)
As	0,7	0,7 à 250
Cd	0,4	0,4 à 250
Cr	2,6	2,6 à 2500
Pb	1,5	1,5 à 2500

Tableau 6 – Métaux extractibles dans l'air

Éléments	Limite de détection rapportée ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Domaine d'application ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
Al	0,1	0,1 à 5,0
As	0,001	0,001 à 0,5
Ba	0,001	0,001 à 5,0
Be	0,0002	0,0002 à 0,5
Bi	0,005	0,005 à 0,5
Cd	0,0002	0,0002 à 0,5

Éléments	Limite de détection rapportée ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Domaine d'application ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
Ca	0,50	0,50 à 5,0
Co	0,0002	0,0002 à 0,5
Cr	0,009	0,009 à 5,0
Cu	0,002	0,002 à 5,0
Fe	0,10	0,10 à 5,0
Mn	0,002	0,002 à 5,0
Ni	0,003	0,003 à 5,0
Pb	0,002	0,002 à 5,0
Sb	0,001	0,001 à 0,5
Se	0,0005	0,0005 à 0,5
Te	0,005	0,005 à 5,0
Zn	0,06	0,06 à 5,0

Tableau 7 – Métaux extractibles dans les boues

Éléments	Limite de détection rapportée (mg/kg)	Domaine d'application (mg/kg)
Ag	3	3 à 1 000
Al	20	20 à 10 000
As	0,7	0,7 à 1 000
B	16	16 à 10 000
Ca	15	15 à 10 000
Cd	0,6	0,6 à 1 000
Co	2,1	2,1 à 1 000
Cr	2,6	2,6 à 10 000
Cu	4	4 à 10 000
Hg	0,03	0,03 à 0,5
K	200	200 à 10 000
Mg	24	24 à 10 000
Mn	9	9 à 10 000
Mo	1,5	1,5 à 1 000
Ni	2,0	2,0 à 10 000
Pb	4,0	4,0 à 10 000
Se	0,7	0,7 à 1 000
Zn	4	4 à 10 000