

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

## Méthode d'analyse

MA. 200 – Mét. 1.2

2023-12-18 (révision 9)

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

**Coordination et rédaction**

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

**Renseignements**

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

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : [www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp](http://www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp)

Internet : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://www.environnement.gouv.qc.ca)

**Pour obtenir un exemplaire du document :**

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

675, boul. René-Lévesque Est, 4<sup>e</sup> étage, boîte 23

Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://www.environnement.gouv.qc.ca)

Dépôt légal – 2024

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN 978-2-550-94203-0 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec – 2024

## TABLE DES MATIÈRES

<b>1. Domaine d'application</b>	<b>1</b>
<b>2. Principe et théorie</b>	<b>1</b>
<b>3. Interférence</b>	<b>1</b>
<b>4. Conservation</b>	<b>2</b>
<b>5. Matériel et appareillage</b>	<b>3</b>
<b>6. Réactifs et étalons</b>	<b>3</b>
<b>7. Protocole d'analyse</b>	<b>14</b>
7.1 Préparation spéciale de la verrerie	14
7.2 Préparation de l'échantillon	15
7.3 Étalonnage de l'instrument	20
7.4 Dosage	20
<b>8. Calcul et expression des résultats</b>	<b>21</b>
<b>9. Critères d'acceptabilité</b>	<b>25</b>
<b>10. Bibliographie</b>	<b>26</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>27</b>
Tableau 1 - Métaux dissous et métaux solubles à l'acide	27
Tableau 2- Métaux dissous dans les lixiviats	28
Tableau 3 - Métaux extractibles dans les liquides aqueux	29
Tableau 4 - Métaux extractibles dans les sols et résidus solides	30
Tableau 5 - Métaux extractibles dans les sédiments, résidus boues et tissus végétaux	31
Tableau 6 - Métaux extractibles dans les résidus organiques (huiles)	32
Tableau 7 - Métaux extractibles dans les échantillons d'air ambiant	33

# 1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 200 – Mét. 1.2 sert à déterminer les métaux dans les échantillons aqueux, l'air ambiant, les rejets atmosphériques, les lixiviations, les solides et les huiles. Le domaine d'application pour chacun des métaux, dans les différentes natures, est indiqué en annexe. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées par l'application de dilutions appropriées aux échantillons avant le dosage.

Les échantillons sont traités conformément aux recommandations de l'annexe 4 du document intitulé *Terminologie recommandée pour l'analyse des métaux*. On obtient les métaux dissous après la filtration de l'échantillon sur une membrane de 0,45 µm, les métaux solubles à l'acide après une légère acidification de l'échantillon puis une filtration, les métaux extractibles après une minéralisation partielle à chaud et les métaux totaux après une 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'Environmental Protection Agency (méthodes 200.8, 3050, 6020) ainsi que des *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

# 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 liquide est entraîné par l'intermédiaire d'une pompe péristaltique, vers un nébuliseur afin d'être transformé en un aérosol puis introduit dans un plasma d'argon. 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 ou plusieurs quadropôles avant d'être finalement captés par un détecteur. Certains appareils peuvent également être munis d'une cellule de collision-réaction dans laquelle divers gaz peuvent être introduits afin de permettre une meilleure gestion des interférences.

La concentration d'un élément à une masse spécifique est déterminée par la comparaison des quantités d'ions captés pour l'échantillon avec celles 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 qui est mesurée). Ces interférences peuvent être corrigées à l'aide d'équations. Par exemple, le sodium interfère avec le  $^{62}\text{Ni}$ , et le  $^{23}\text{Na}$  interfère avec le  $^{56}\text{Fe}$ .

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). Au-dessus de cette valeur, il est recommandé de diluer les échantillons afin de réduire les dépôts de solides au niveau du nébuliseur et des cônes ainsi que de réduire les effets de matrice.

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

Le baryum ne peut être analysé dans les huiles, car il précipite avec l'acide sulfurique.

## 4. Conservation

Les échantillons sont prélevés dans un contenant de plastique ou de verre exempt de contaminants. Un volume de 125 ml d'échantillon liquide ou 100 g d'échantillon solide sont requis pour réaliser l'analyse. À noter :

- Les filtres utilisés pour les rejets atmosphériques et les échantillons provenant des buses et des 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.

Les échantillons sont conservés selon les modalités suivantes :

Nature de l'échantillon	Conditions de conservation	Délais de conservation
Eaux (dissous)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Filtration 0,45 µm sur le terrain ou le plus tôt possible au laboratoire</li> <li>• HNO<sub>3</sub>, pH &lt; 2 après filtration</li> <li>1 °C à 6 °C</li> </ul>	28 jours (mercure) 6 mois (autres métaux)
Eaux (solubles à l'acide)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• HNO<sub>3</sub>, pH &lt; 2 avant filtration</li> <li>• Filtration 0,45 µm dans les 48 heures après l'acidification</li> <li>1 °C à 6 °C</li> </ul>	28 jours (mercure) 6 mois (autres métaux)
Eaux (métaux extractibles)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• HNO<sub>3</sub>, pH &lt; 2</li> <li>1 °C à 6 °C</li> </ul>	28 jours (mercure) 6 mois (autres métaux)
Solides et frottis	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aucun agent</li> <li>1 °C à 6 °C</li> </ul>	<b>6 mois</b> (mercure) 6 mois (autres métaux)
Lixiviation	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aucun agent</li> <li>1 °C à 6 °C</li> </ul>	6 mois
Huiles	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aucun agent</li> <li>1 °C à 6 °C</li> </ul>	6 mois
Jauges à poussière	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Été : environ 1 500 ml de NH<sub>4</sub>Cl 1 mg/l</li> <li>• Hiver : environ 500 ml de méthanol 50 % (V/V)</li> <li>• Température ambiante</li> </ul> <p>Pour plus de détails, se référer à la méthode MA. 100 – Part. 1.0, intitulée <i>Détermination des particules : méthode gravimétrique.</i></p>	6 mois entre le prélèvement et l'analyse
Rejets atmosphériques (filtre)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aucun agent</li> <li>• Dessiccateur</li> <li>Température ambiante</li> </ul>	6 mois
Rejets atmosphériques (buse et sonde)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aucun agent</li> <li>1 °C à 6 °C</li> </ul>	6 mois

Nature de l'échantillon	Conditions de conservation	Délais de conservation
Rejets atmosphériques (barboteur)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4</math> (mercure)</li> <li>• <math>\text{HNO}_3</math>, pH &lt; 2 (autres métaux)</li> </ul> 1 °C à 6 °C	28 jours (mercure) 6 mois (autres métaux)
Air ambiant	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aucun agent</li> </ul> Température ambiante	6 mois

## 5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce qui figurent ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement. Un modèle équivalent d'un autre fabricant peut également être utilisé.

- 5.1 Spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon, muni d'un échantillonneur automatique
- 5.2 Plaque chauffante (solides, frottis, rejets atmosphériques, jauges à poussière, argent)
- 5.3 Bloc digesteur à  $95\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$  (liquides aqueux) et à  $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$  (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  $60\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$  (filtre de l'air ambiant)
- 5.6 Étuve à  $104\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$
- 5.7 Appareil de filtration sous vide
- 5.8 Burette automatique
- 5.9 Tube de plastique de 50 ml gradué à 40 ml et contenant de polyéthylène de 125 ml
- 5.10 Tamis de 2 mm
- 5.11 Diluteur automatique

## 6. Réactifs et étalons

Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

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

À moins d'indication contraire, les solutions sont conservées indéfiniment à température ambiante. Cependant, elles doivent être refaites s'il y a changement de couleur ou formation d'un précipité.

## Réactifs pour digestion

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2. Acide nitrique, HNO<sub>3</sub> (CAS n° 7697-37-2)
- 6.3. Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (CAS n° 7664-93-9)
- 6.4. Anti-mousse « antifoam B » ou équivalent
- 6.5. Permanganate de potassium, KMnO<sub>4</sub> (CAS n° 7722-64-7)
- 6.6. Peroxyde d'hydrogène 30 % (V/V), H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (CAS n° 7722-84-1)
- 6.7. Solution d'acide nitrique 50 % (V/V)

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

- 6.8. Solution d'acide nitrique 20 % (V/V)

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

- 6.9. Solution d'acide nitrique 1 % (V/V)

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

- 6.10. Solution d'acide chlorhydrique 50 % (V/V)

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

Cette solution se conserve un mois.

- 6.11. Solution d'acide chlorhydrique 20 % (V/V)

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

Cette solution se conserve 1 mois.

- 6.12. Solution extractive pour filtre de l'air ambiant

Diluer 130 ml d'acide nitrique et 372 ml d'acide chlorhydrique 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, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 10 ml de la solution étalon de 1 000 mg/l d'or et 1 ml de HNO<sub>3</sub>. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- 6.14. Solution de permanganate de potassium 0,04 % et d'acide sulfurique 0,1 % pour le mercure dans les barboteurs

Dans une fiole jaugée de 500 ml, dissoudre 0,2 g de permanganate de potassium dans environ 200 ml d'eau. Ajouter 0,5 ml d'acide sulfurique et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 mois.

### Solutions étalons

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

- 6.15. Solution étalon d'antimoine  
6.16. Solution étalon d'aluminium  
6.17. Solution étalon d'argent  
6.18. Solution étalon d'arsenic  
6.19. Solution étalon de baryum  
6.20. Solution étalon de béryllium  
6.21. Solution étalon de bismuth  
6.22. Solution étalon de bore  
6.23. Solution étalon de cadmium  
6.24. Solution étalon de calcium  
6.25. Solution étalon de cérium  
6.26. Solution étalon de chrome  
6.27. Solution étalon de cobalt  
6.28. Solution étalon de cuivre  
6.29. Solution étalon d'étain  
6.30. Solution étalon de fer  
6.31. Solution étalon d'indium  
6.32. Solution étalon de lithium



- 6.33. Solution étalon de magnésium
- 6.34. Solution étalon de manganèse
- 6.35. Solution étalon de mercure
- 6.36. Solution étalon de molybdène
- 6.37. Solution étalon de nickel
- 6.38. Solution étalon d'or
- 6.39. Solution étalon de plomb
- 6.40. Solution étalon de potassium
- 6.41. Solution étalon de praséodyme
- 6.42. Solution étalon de scandium
- 6.43. Solution étalon de sélénium
- 6.44. Solution étalon de silicium
- 6.45. Solution étalon de sodium
- 6.46. Solution étalon de strontium
- 6.47. Solution étalon de tellure
- 6.48. Solution étalon de thallium
- 6.49. Solution étalon de titane
- 6.50. Solution étalon d'uranium
- 6.51. Solution étalon de vanadium
- 6.52. Solution étalon d'yttrium
- 6.53. Solution étalon de zinc
- 6.54. 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, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique, 1 ml d'acide chlorhydrique, 500 µl des solutions étalons d'arsenic, de sélénium et d'étain de 1 000 mg/l et 500 µl de la solution étalon de plomb de 10 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

- 6.55. 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, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 1 ml d'acide nitrique, 500 µl des solutions étalons de béryllium, de cadmium, de cobalt et d'uranium de 1 000 mg/l et 5 ml des solutions étalons d'aluminium, de bore, de chrome, de cuivre, de fer, de potassium, de magnésium, de manganèse, de sodium, de nickel, de strontium, de vanadium et de zinc de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

- 6.56. 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, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique, 5 ml des solutions étalons de baryum et de calcium de 1 000 mg/l et 500 µl des solutions étalons d'argent, de molybdène et d'antimoine de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

- 6.57. Solution mère de métaux majeurs, Al, Fe, K, Mg, Na de 1 000 mg/l

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 1 000 mg/l en Al, Fe, K, Mg et Na dans un milieu d'acide nitrique 2 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml de HNO<sub>3</sub>, 10 ml des solutions étalons d'aluminium, de fer, de potassium, de magnésium et de sodium de 10 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

- 6.58. Solutions étalons combinées de métaux pour ICP-MS 7500

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

Mix	Éléments	Conc. finale	Volume solution mère 1	Volume solution mère 2	Volume solution mère 3	Volume HCl	Volume HNO <sub>3</sub>	Volume final
		(mg/l)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)
0	Tous les métaux	0	0	0	0	1	2	100
1.1	Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, V, Zn	0,05	0,1	0,1	0	1	2	100
	As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	0,005						
1.2	Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, V, Zn	0,5	1	1	0	1	2	100
	As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	0,05						
1.3	Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, V, Zn	2	4	4	0	1	2	100
	As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	0,2						
1.4	Al, B, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, V, Zn	5	10	10	0	1	2	100
	As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	0,5						
2.1	Ba, Ca	0,05	0	0	0,1	1	2	100
	Ag, Mo, Sb	0,005						
2.2	Ba, Ca	0,5	0	0	1	1	2	100
	Ag, Mo, Sb	0,05						
2.3	Ba, Ca	2	0	0	4	1	2	100
	Ag, Mo, Sb	0,2						
2.4	Ba, Ca	5	0	0	10	1	2	100
	Ag, Mo, Sb	0,5						

#### NOTES

- Il est recommandé d'utiliser des fioles jaugées en polypropylène.
- Pour le dosage de l'argent, le Mix 2.4 n'est pas inclus dans la courbe d'étalonnage.
- Pour le dosage de l'argent à bas niveau, voir la section 6.67.

Toutes ces solutions se conservent 4 mois.

#### 6.59. Solutions étalons combinées de métaux pour ICP-MS 7800

Le tableau suivant donne les concentrations à obtenir pour chacun des métaux ainsi qu'un exemple des volumes des solutions mères 1, 2, 3, de la solution mère de métaux majeurs, de la solution étalon de calcium de 1 000 mg/l, d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique à utiliser.

Mix	Éléments	Conc. finale	Volume solution mère 1	Volume solution mère 2	Volume solution mère de métaux majeurs	Volume solution mère 3	Volume solution calcium 1 000 mg/l	Volume HCl	Volume HNO <sub>3</sub>	Volume final
		(mg/l)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)	(ml)
0	Tous les métaux	0	0	0	0	0	0	1	2	100
1.1	Al, Fe, K, Mg, Na B, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Sr, V, Zn As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	0,5 0,05 0,005	0,1	0,1	0,045	0	0	1	2	100
1.2	Al, Fe, K, Mg, Na B, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Sr, V, Zn As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	5 0,5 0,05	1	1	0,45	0	0	1	2	100
1.3	Al, Fe, K, Mg, Na B, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Sr, V, Zn As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	20 2 0,2	4	4	1,8	0	0	1	2	100
1.4	Al, Fe, K, Mg, Na B, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Sr, V, Zn As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	50 5 0,5	10	10	4,5	0	0	1	2	100
2.1	Ca Ba Ag, Mo, Sb	0,5 0,05 0,005	0	0	0	0,1	0,045	1	2	100
2.2	Ca Ba Ag, Mo, Sb	5 0,5 0,05	0	0	0	1	0,45	1	2	100
2.3	Ca Ba Ag, Mo, Sb	20 2 0,2	0	0	0	4	1,8	1	2	100
2.4	Ca Ba Ag, Mo, Sb	50 5 0,5	0	0	0	10	4,5	1	2	100

**NOTES**

- Il est recommandé d'utiliser des fioles jaugées en polypropylène.
- Pour le dosage de l'argent, le Mix 2.4 n'est pas inclus dans la courbe d'étalonnage.

Ces solutions se conservent 4 mois.

#### 6.60. Solution mère de 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, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique et 5 ml des solutions étalons de lithium, de silicium, de tellure, de titane et de thallium de 1 000 mg/l et 0,05 ml de bismuth de 1 000 mg/l. 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.

Mix	Volume de solution mère métaux complémentaires (ml)	Volume final (ml)	Volume de HNO <sub>3</sub> (ml)	Volume de HCl (ml)	Conc. finale de Bi (mg/l)	Conc. finale des autres métaux (mg/l)
0	0	100	2	1	0	0
3.1	0,10	100	2	1	0,0005	0,05
3.2	1,0	100	2	1	0,005	0,5
3.3	4,0	100	2	1	0,02	2
3.4	10,0	100	2	1	0,05	5

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

Ces solutions se conservent 4 mois.

#### 6.62. Solution mère de mercure de 100 µg/l

Dans une fiole jaugée de 500 ml, ajouter un peu d'eau, 5 ml d'acide nitrique et 50,0 µl de la solution étalon de mercure de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 48 heures.

#### 6.63. Solution intermédiaire de mercure de 1,0 µg/l (bas niveau)

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

Cette solution se conserve 48 heures.

#### 6.64. 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 de bas niveaux.

##### Haut niveau

Solution étalon	Préparation à partir de la solution de concentration (µg/l)	Facteur de dilution	Concentration finale (µg/l)
Hg 0	0	Aucune dilution	0
Hg 1	10,0 (solution étalon Hg 3)	50	0,2
Hg 2	100	50	2,0
Hg 3	100	10	10,0

##### **NOTES**

- Ces solutions doivent être préparées immédiatement avant leur utilisation.
- La préparation des solutions étalons se fait avec de l'acide nitrique 1 % (V/V) comme diluant ou la solution permanganate de potassium 0,04 % et d'acide sulfurique 0,1 % pour le dosage des barboteurs.

##### Bas niveau

Solution étalon	Préparation à partir de la solution de concentration (µg/l)	Facteur de dilution	Concentration finale (µg/l)
Hg 0	0	Aucune dilution	0
Hg 1	1,0	50	0,02
Hg 2	1,0	20	0,05
Hg 3	1,0	10	0,10

##### **NOTES**

- Ces solutions doivent être préparées immédiatement avant leur utilisation.
- La préparation des solutions étalons se fait avec de l'acide nitrique 1 % (V/V) comme diluant.

#### 6.65. Solution mère d'indium de 5 mg/l

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

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique et 0,5 ml de la solution étalon d'indium de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

#### 6.66. 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 (ml)	Volume final (ml)	Volume de HNO <sub>3</sub> (ml)	Conc. finale d'indium (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.

#### 6.67. Solution étalons d'argent à bas niveau

À partir de la solution mix 2.2 de 50 ppb (µg/L), préparer les solutions Ag 0, Ag 1, Ag 2, Ag 3 et Ag 4. Le tableau suivant est fourni à titre indicatif, les volumes préparés pourraient varier.

Solution étalon	Concentration finale (ng/L)	Volume de solution mère 3 (µL)	Volume final (mL)
Ag 0	0	0	50
Ag 1	50	50	50
Ag 2	100	100	50
Ag 3	500	500	50
Ag 4	1000	1000	50

**NOTES**

- Ces solutions étalons sont préparées à chaque utilisation.
- La préparation des solutions étalons se fait avec le mélange HNO<sub>3</sub> 2% - HCl 1% comme diluant.

## Réactifs pour l'instrument

### 6.68. 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, d'yttrium et de praséodyme de 1 000 mg/l et 10 ml de HNO<sub>3</sub>. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

### 6.69. Solution mère de calibration (facteur P/A)

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire environ 200 ml d'eau, 50 ml de HNO<sub>3</sub> 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.

### 6.70. Solutions de calibration (facteur P/A) de 100 µg/l

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). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 6 mois.

### 6.71. Solutions de calibration (facteur P/A) de 10 µg/l

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

Cette solution se conserve 6 mois.

### 6.72. Solution mère de calibration de 10 mg/l

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 1 ml des solutions étalons de 1 000 mg/l de cérium, de cobalt, de lithium, de thallium et d'yttrium et 1 ml d'acide nitrique. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

### 6.73. Solution de calibration de 1 µg/l

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire 50 µl de la solution mère de calibration de 10 mg/l et 5 ml d'acide nitrique. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

### 6.74. Solution d'or de 10 mg/l

Pour un volume final de 5 ml, diluer une solution d'or de 1 000 mg/l par un facteur de 100 en milieu d'acide nitrique 1 % (V/V).

Cette solution se conserve 48 heures.

### 6.75. Solution d'or de 1 mg/l

Pour un volume final de 5 ml, diluer une solution d'or de 10 mg/l par un facteur de 10 en milieu d'acide nitrique 1 % (V/V).



Cette solution se conserve 48 heures.

- 6.76. Solution de rinçage d'acide nitrique 2 % (V/V) et d'acide chlorhydrique 1 % (V/V) pour les métaux et le mercure à haut niveau

Diluer 5 ml d'acide nitrique dans environ 150 ml d'eau. Laisser refroidir et ajouter 2,5 ml d'acide chlorhydrique. Laisser refroidir et compléter à 250 ml avec de l'eau.

**NOTE – Pour le dosage du mercure, ajouter 25 µl d'une solution d'or de 1 000 mg/l.**

- 6.77. Solution de rinçage d'acide nitrique 1 % (V/V) et d'acide chlorhydrique 2 % (V/V) pour le mercure à bas niveau

Diluer 2,5 ml d'acide nitrique dans environ 150 ml d'eau. Laisser refroidir et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique. Ajouter 25 µl d'une solution d'or de 1 000 mg/l. Laisser refroidir et compléter à 250 ml avec de l'eau.

- 6.78. Solution « blanc » d'acide nitrique 1 % (V/V) pour le dosage du mercure

Diluer 2,5 ml d'acide nitrique dans environ 150 ml d'eau. Ajouter 25 µl d'une solution d'or de 1 000 mg/l. Laisser refroidir et compléter à 250 ml avec de l'eau.

**NOTE – Cette solution « blanc » est injectée lors des séquences de mercure afin de réduire et déceler la présence d'effet mémoire.**

- 6.79. Solution de calcium 50 mg/l pour le conditionnement des cônes neufs ou fraîchement nettoyés de l'ICP-MS

Diluer 2 ml d'acide nitrique dans environ 100 ml d'eau. Ajouter 10 ml d'une solution étalon de calcium de 1 000 mg/l. Laisser refroidir et compléter à 200 ml avec de l'eau.

- 6.80. Solution de rinçage d'acide nitrique 3 % (V/V) et d'acide chlorhydrique 3 % (V/V)

Diluer 30 ml d'acide nitrique dans environ 750 ml d'eau. Laisser refroidir et ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique. Laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

## 7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, document [DR-12-SCA-01](#), sont suivies pour assurer 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 spéciale de la verrerie

Aucune préparation, autre que le lavage et le séchage de la verrerie, n'est nécessaire pour la détermination des métaux.

## 7.2 Préparation de l'échantillon

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

### 7.2.1 Métaux dissous

- Filtrer l'échantillon sur une membrane de 0,45 µm. Acidifier au besoin avec de l'acide nitrique pour obtenir un échantillon à pH < 2.
- Transférer l'échantillon dans une bouteille de plastique.

### 7.2.2 Métaux solubles à l'acide

- Acidifier l'échantillon avec de l'acide nitrique pour obtenir un échantillon à pH < 2.
- Dans les 48 heures suivant l'acidification, filtrer l'échantillon sur une membrane de 0,45 µm.
- Transférer l'échantillon dans une bouteille de plastique.

### 7.2.3 Métaux extractibles

#### NOTES

- Les préparations suivantes doivent se faire sous une hotte.
- Les acides ou le peroxyde d'hydrogène sont ajoutés à l'aide d'une burette ou d'une micropipette selon la disponibilité.

#### 7.2.3.1. Métaux extractibles dans les liquides aqueux (sauf l'argent)

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

- Introduire 40 ml d'échantillon préalablement homogénéisé dans un tube en polypropylène de 50 ml gradué à 40 ml.
- Ajouter 0,8 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) et 0,8 ml d'acide nitrique 20 % (V/V).
- Fermer le tube, agiter et faire chauffer dans le bloc digesteur à 95 °C pendant 2 heures.
- Laisser refroidir et décanter.

#### 7.2.3.2. Argent extractible dans les liquides aqueux

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

- Dans un tube en polypropylène de 50 ml, introduire à la pipette 10 ml d'échantillon préalablement homogénéisé et environ 10 ml d'eau.
- Ajouter 1 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) et 5 ml d'acide chlorhydrique 50 % (V/V).
- Fermer le tube, agiter et faire chauffer dans le bloc digesteur à 95°C pendant 1 heure.
- Laisser refroidir.
- Compléter le volume à 50 ml avec de l'eau.

- Filtrer à l'aide d'un filtre vissé de 1µm « teflon hydrophilic ».

#### 7.2.3.3. 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 104 °C.
- Ajouter 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V).
- 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 et rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer à l'aide d'un papier filtre Whatman de grade 41 ou l'équivalent dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir le liquide dans la fiole.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer le liquide dans une bouteille de plastique.

#### 7.2.3.4. Métaux extractibles dans les sédiments, résidus boues 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 104 °C. Ajouter 10 ml d'acide nitrique 50 % (V/V), mélanger et couvrir d'un verre de montre.

**NOTE – Les échantillons de fumier ne sont pas séchés.**

- Chauffer à reflux sur une plaque chauffante pendant 10 à 15 minutes, sans ébullition. Laisser refroidir, ajouter 5 ml d'acide nitrique, couvrir d'un verre de montre et chauffer à reflux pendant 30 minutes.
- Laisser refroidir, ajouter 5 ml d'acide nitrique, 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). Placer le bécher sur une plaque chauffante pour réchauffer l'échantillon afin de démarrer l'oxydation en évitant les pertes pouvant être occasionnées par une effervescence vigoureuse.
- Continuer de chauffer jusqu'à ce que l'effervescence diminue.
- Continuer l'ajout de peroxyde d'hydrogène 30 % (V/V) par portion de 1 ml jusqu'à un volume total de 10 ml.

**NOTE – En incluant les 3 ml précédemment ajoutés, un maximum de 7 portions de 1 ml de peroxyde d'hydrogène 30 % (V/V) peut être ajouté.**

- Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique et 10 ml d'eau. Couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer à reflux pendant 15 minutes sans ébullition.

- Laisser refroidir et rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer à l'aide d'un papier filtre Whatman de grade 41 ou l'équivalent dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir le liquide dans la fiole.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer le liquide dans une bouteille de plastique.

#### 7.2.3.5. Argent extractible dans les sédiments, résidus boues et tissus végétaux

La détermination de l'argent dans les sédiments, résidus boues et tissus végétaux se fait selon les indications données à la section 7.2.3.3.

#### 7.2.3.6. Mercure extractible dans les sols, résidus solides, sédiments, résidus boues et tissus végétaux

**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 en polypropylène, 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 et 1 ou 2 gouttes d'anti-mousse. Agiter manuellement entre chaque ajout.
- Ajouter 4 ml de HCl, 2 ml de HNO<sub>3</sub> et 2,5 ml de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30 %. 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.
- Décantier avant dosage.

#### 7.2.3.7. Métaux extractibles dans les résidus organiques (huiles)

**NOTE – L'échantillon ne doit pas contenir d'eau, car il peut y avoir un risque de projection soudaine pendant la digestion. En cas de doute sur la nature de l'échantillon, utiliser la digestion décrite au point 7.2.3.1.**

- Peser précisément environ **0,500 g** d'échantillon préalablement homogénéisé dans un bécher de 150 ml.
- Ajouter 9 ml d'acide nitrique et 2 ml d'acide sulfurique puis 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). Placer le bécher sur une plaque chauffante et chauffer presque à ébullition pendant 15 minutes.
- Laisser refroidir et filtrer à l'aide d'un papier filtre Whatman de grade 41 ou l'équivalent dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir le liquide dans la fiole.
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer le liquide dans une bouteille de plastique.

#### 7.2.3.8. 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) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V). 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 et rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer à l'aide d'un papier filtre Whatman de grade 41 ou l'équivalent dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir le liquide dans la fiole.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer le liquide dans une bouteille de plastique.

#### 7.2.3.9. Métaux extractibles dans les jauges à poussière

**NOTE – S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complétée 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) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V).
- 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 et rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer à l'aide d'un papier filtre Whatman de grade 41 ou l'équivalent dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir le liquide dans la fiole.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer le liquide dans une bouteille de plastique.

#### 7.2.3.10. Métaux extractibles dans les rejets atmosphériques

#### 7.2.3.10.1. Filtre

**NOTE – S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complétée 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) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V). 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 et rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer à l'aide d'un papier filtre Whatman de grade 41 ou l'équivalent dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le bécher et le filtre avec de l'eau et recueillir le liquide dans la fiole.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer le liquide dans une bouteille de plastique.

#### 7.2.3.10.2. Buse et sonde

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

Dans le cas d'un rinçage de la buse et de la sonde à l'acide nitrique dilué, procéder comme au paragraphe 7.2.3.1 du présent document.

Dans le cas d'un rinçage de la buse et de la sonde à l'acétone, procéder comme au paragraphe 7.2.3.9 du présent document.

#### 7.2.3.10.3. Barboteur

**Toujours mesurer le volume total de l'échantillon puis** procéder comme au paragraphe 7.2.1 du présent document.

#### 7.2.3.11. Métaux combinés dans les rejets atmosphériques (acétone, filtre et barboteur)

Sur la matrice d'acétone, procéder à la détermination des matières particulaires (voir la méthode MA. 100 – Part. 1.0 , intitulée *Détermination des particules : méthode gravimétrique*). Conserver le bécher avec les particules.

Dans le bécher contenant les particules de l'étape 1, ajouter le filtre découpé en morceaux. Procéder à la digestion telle que décrit au paragraphe 7.2.3.10.1 du présent document. Filtrer dans une fiole jaugée de 250 ml. **Ne pas compléter au volume !**

**Ajouter** le volume du barboteur dans la fiole jaugée de 250 ml avec le digestat des particules et du filtre. Compléter le volume avec de l'eau.

#### 7.2.3.12. Métaux extractibles dans les filtres pour l'air ambiant

**NOTE – S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complétée 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 en polypropylène de 125 ml, ajouter 15 ml de la solution extractive 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 est environ égal à celui du liquide contenu dans les contenants de polypropylène.
- Extraire les échantillons pendant 1 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 l'aide d'un papier filtre Whatman de grade 41 ou l'équivalent. Le délai entre l'extraction et la filtration ne doit pas dépasser 48 heures.

#### 7.2.4 Métaux lixiviés

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

### 7.3 Étalonage 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.

### 7.4 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 qu'on puisse s'assurer que les limites de détection de la méthode (LDM) peuvent 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 à poussière et de rejets atmosphériques, diluer par un facteur de 10 avec une solution de HNO<sub>3</sub> 2 % - HCl 1 % (V/V) avant de les doser.
- Pour les échantillons de solides, de lixiviation et de boues, diluer par un facteur de 20 avec une solution de HNO<sub>3</sub> 2 % - HCl 1 % (V/V) avant de les doser.
- Pour le dosage du Nickel, le résultat du <sup>62</sup>Ni est utilisé sauf lorsque celui-ci est supérieur au résultat du <sup>60</sup>Ni. Dans ce dernier cas, le résultat du <sup>60</sup>Ni est plutôt utilisé, car le <sup>60</sup>Ni 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.

#### 7.4.1 Pour le dosage du mercure

- Afin de réduire et déceler la présence d'effet mémoire, ajouter un « blanc » d'acide nitrique 1 % (V/V) [solution 6.77] entre chaque échantillon.

- Avant de procéder au dosage, aspirer une solution de mercure de 10 µg/l amalgamé à l'or pendant au moins 5 minutes jusqu'à ce que le signal à la masse 201 se stabilise. Rincer ensuite avec une solution de HNO<sub>3</sub> 2 % - HCl 1 %.
- 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 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 5 µg/l d'or. Par exemple, ajouter 25 µl d'une solution de 1 mg/l d'or 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 HNO<sub>3</sub> 1 % (V/V) avant de les doser.
- Pour les échantillons de rejets atmosphériques, diluer les barboteurs par un facteur de 10 avec de l'eau avant de les doser. Ne pas diluer les filtres avant de les doser.
- Mercure dans les liquides : l'effet de mémoire commence à apparaître lorsqu'un échantillon de plus de 0,1 mg/l est analysé.
- Mercure dans les solides : l'effet de mémoire commence à apparaître lorsqu'un échantillon de plus de 60 mg/kg est analysé.

#### 7.4.2 Pour le dosage de l'argent

- Pour les échantillons solides, diluer par un facteur de 20 avec une solution de HNO<sub>3</sub> 1 % (V/V) avant de les doser.
- Pour les échantillons de liquides aqueux, diluer avec **une solution de HNO<sub>3</sub> 1 % (V/V)** 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.

#### 7.4.3 Pour le dosage des métaux dans les résidus organiques (huiles)

- Préparer la courbe d'étalonnage dans H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 % et HNO<sub>3</sub> 1 %.
- Doser les digestats sans dilution.
- Le baryum n'est pas dosé dans les résidus organiques puisqu'il précipite sous forme de sulfate de baryum en présence d'acide sulfurique.

## 8. Calcul et expression des résultats

Les courbes d'étalonnage (**courbes linéaires**) 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 aqueux

Les résultats sont exprimés en mg/l de chacun des métaux d'après l'équation suivante :



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

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 sont exprimés en mg/kg base sèche de chacun des métaux d'après l'équation suivante :

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

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 Échantillons de fumier

Les résultats sont exprimés en mg/kg base humide de chacun des métaux d'après l'équation suivante :

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

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 (g);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

## 8.4 Échantillons de résidus organiques (huiles)

Les résultats sont exprimés en mg/l ou en mg/kg de chacun des métaux selon la demande du client d'après l'équation suivante :

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 : masse volumique de l'échantillon (g/ml);
- E : poids de l'échantillon utilisé (g);
- F : facteur de dilution de la solution dosée, si nécessaire.

## 8.5 Frottis, filtres, jauges à poussière ainsi que buses et sondes

Les résultats sont exprimés en mg de chacun des métaux d'après l'équation suivante :

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

où

- C : quantité 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);
- 1000 : facteur de conversion entre litre et ml;
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

## 8.6 Métaux combinés dans les rejets atmosphériques (acétone, filtre et barboteur)

Les résultats sont exprimés en mg/l de chacun des métaux d'après l'équation suivante :

$$C = (A - T) \times F$$

où

- C : 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);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

## 8.7 Filtres de l'air ambiant

Les résultats sont exprimés en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  de chacun des métaux dosés dans les particules contenues sur le filtre d'après 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 ( $\text{m}^3$ );
- 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  $\mu\text{g}$ ;
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

Le volume d'air échantillonné en  $\text{m}^3$  est obtenu selon l'équation suivante :

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

où

- V : volume échantillonné ( $\text{m}^3$ );
- D : débit d'air lors de l'échantillonnage ( $\text{pi}^3/\text{min}$ );
- 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  $\text{pi}^3$  et  $\text{m}^3$ .

## 8.8 Calcul de la dureté

Le résultat est exprimé en mg/l CaCO<sub>3</sub> de dureté d'après l'équation suivante :

$$C = ((A - T) \times 2,5) + ((B - T) \times 4,12)$$

où

- C : concentration de la dureté dans l'échantillon (mg/l CaCO<sub>3</sub>);
- A : concentration en calcium dans l'échantillon (mg/l);
- B : concentration en magnésium dans l'échantillon (mg/l);
- T : concentration du métal approprié dans le témoin (mg/l).

## 9. Critères d'acceptabilité

Les critères d'acceptabilité sont définis dans le document [DR-12-SCA-01](#) et sont appliqués comme suit :

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Matériaux de référence	Définis par le responsable désigné.
Duplicatas et répliqués	Liquides : ≤ 20 % lorsque les résultats sont supérieurs à au moins 10 fois la limite de quantification. Autres : ≤ 30 % lorsque les résultats sont supérieurs à au moins 10 fois la limite de quantification.
Étalons de contrôle	≤ 15 %.
Blancs	Les critères sont définis dans le système de gestion des informations de laboratoire (LIMS) selon la nature de l'échantillon et le paramètre.
Ajouts dosés	Liquides : recouvrement entre 70 % et 130 %. Solides : recouvrement entre 50 % et 150 %.
Courbes d'étalonnage	Facteur de corrélation > 0,995 pour les courbes linéaires.

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, se référer à la dernière édition du document.**

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

DIRECTION GÉNÉRALE DE LA COORDINATION SCIENTIFIQUE ET DU CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques*, MA. 100 – Lix.com. 1.1, ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs.

DIRECTION GÉNÉRALE DE LA COORDINATION SCIENTIFIQUE ET DU CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination des particules : méthode gravimétrique*, MA. 100 – Part. 1.0, ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs.

## Liste des tableaux

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

**Tableau 1 - Métaux dissous et métaux solubles à l'acide**

Élément	Limite de détection rapportée (mg/l)	Domaine d'application (mg/l)
Ag	0,0005	0,0005 à 5
Al	0,005	0,005 à 500
As	0,0002	0,0002 à 5
B	0,04	0,04 à 50
Ba	0,007	0,007 à 50
Be	0,0002	0,0002 à 5
Bi	0,001	0,001 à 5
Ca	0,1	0,1 à 500
Cd	0,0002	0,0002 à 5
Co	0,0005	0,0005 à 5
Cr	0,0005	0,0005 à 50
Cu	0,001	0,001 à 50
Fe	0,02	0,02 à 500
Hg	0,0002	0,0002 à 100
K	0,1	0,1 à 500
Li	0,001	0,001 à 50
Mg	0,05	0,05 à 500
Mn	0,001	0,001 à 50
Mo	0,005	0,005 à 5
Na	0,2	0,2 à 500
Ni	0,001	0,001 à 50
Pb	0,001	0,001 à 50
Sb	0,001	0,001 à 5
Se	0,001	0,001 à 5
Si	0,1	0,1 à 50
Sn	0,005	0,005 à 5
Sr	0,01	0,01 à 50
Te	0,01	0,01 à 50
Ti	0,01	0,01 à 50
Tl	0,001	0,001 à 50
U	0,0001	0,0001 à 5
V	0,0005	0,0005 à 50
Zn	0,005	0,005 à 50

**Tableau 2- Métaux dissous dans les lixiviats**

Élément	Limite de détection rapportée (mg/l)	Domaine d'application (mg/l)
As	0,02	0,02 à 10
B	0,2	0,2 à 100
Ba	0,025	0,025 à 100
Cd	0,01	0,01 à 10
Co	0,04	0,04 à 10
Cr	0,04	0,04 à 100
Cu	0,03	0,03 à 100
Hg	0,0005	0,0005 à 100
Mn	0,06	0,06 à 100
Mo	0,1	0,1 à 10
Ni	0,02	0,02 à 100
Pb	0,025	0,025 à 100
Se	0,03	0,03 à 10
U	0,01	0,01 à 10
Zn	0,1	0,1 à 100

**Tableau 3 - Métaux extractibles dans les liquides aqueux**

Élément	Limite de détection rapportée (mg/l)	Domaine d'application (mg/l)
Ag	0,001	0,001 à 5
Al	0,005	0,005 à 500
As	0,0002	0,0002 à 5
B	0,04	0,04 à 50
Ba	0,007	0,007 à 50
Be	0,0002	0,0002 à 5
Bi	0,001	0,001 à 5
Ca	0,1	0,1 à 500
Cd	0,0002	0,0002 à 5
Co	0,0005	0,0005 à 5
Cr	0,0005	0,0005 à 50
Cu	0,001	0,001 à 50
Fe	0,02	0,02 à 500
Hg	0,0002	0,0002 à 100
K	0,1	0,1 à 500
Li	0,001	0,001 à 50
Mg	0,05	0,05 à 500
Mn	0,001	0,001 à 50
Mo	0,005	0,005 à 5
Na	0,2	0,2 à 500
Ni	0,001	0,001 à 50
Pb	0,001	0,001 à 50
Sb	0,001	0,001 à 5
Se	0,001	0,001 à 5
Sn	0,005	0,005 à 50
Si	0,1	0,1 à 5
Sr	0,01	0,01 à 50
Te	0,01	0,01 à 50
Ti	0,01	0,01 à 50
Tl	0,0005	0,0005 à 50
U	0,0001	0,0001 à 5
V	0,0005	0,0005 à 50
Zn	0,005	0,005 à 50



**Tableau 4 - Métaux extractibles dans les sols et résidus solides**

Élément	Limite de détection rapportée (mg/kg)	Domaine d'application (mg/kg)
Ag	3	3 à 1 000
Al	15	15 à 100 000
As	0,2	0,2 à 1 000
B	10	10 à 10 000
Ba	2	2 à 10 000
Be	0,1	0,1 à 1 000
Bi	1	1 à 1 000
Ca	15	15 à 100 000
Cd	0,25	0,25 à 1 000
Co	1	1 à 1 000
Cr	1	1 à 10 000
Cu	2	2 à 10 000
Fe	10	10 à 100 000
Hg	0,03	0,03 à 10 000
K	15	15 à 100 000
Li	3	3 à 10 000
Mg	3	3 à 100 000
Mn	1	1 à 10 000
Mo	0,5	0,5 à 1 000
Na	10	10 à 100 000
Ni	1	1 à 10 000
Pb	1	1 à 10 000
Sb	5	5 à 1 000
Se	0,3	0,7 à 1 000
Si	50	50 à 1 000
Sn	0,5	0,5 à 10 000
Sr	3	3 à 10 000
Te	40	40 à 10 000
Ti	3	3 à 10 000
Tl	3	3 à 10 000
U	0,5	0,5 à 1 000
V	1	1 à 10 000
Zn	4	4 à 10 000

**Tableau 5 - Métaux extractibles dans les sédiments, résidus boues et tissus végétaux**

Élément	Limite de détection rapportée (mg/kg)	Domaine d'application (mg/kg)
Ag	3	3 à 2 000
Al	20	20 à 200 000
As	0,7	0,7 à 2 000
B	16	16 à 20 000
Ba	2	2 à 20 000
Be	1	1 à 2 000
Bi	1,9	1,9 à 2 000
Ca	35	35 à 200 000
Cd	0,6	0,6 à 2 000
Co	2,1	2,1 à 2 000
Cr	2,6	2,6 à 20 000
Cu	7	7 à 20 000
Fe	20	20 à 200 000
Hg	0,03	0,03 à 20 000
K	20	20 à 200 000
Li	1	1 à 20 000
Mg	15	15 à 200 000
Mn	6	6 à 20 000
Mo	1,5	1,5 à 2 000
Na	10	10 à 200 000
Ni	2	2 à 20 000
Pb	4	4 à 20 000
Sb	0,1	0,1 à 2 000
Se	0,9	0,9 à 2 000
Sn	1	1 à 20 000
Sr	0,8	0,8 à 20 000
Ti	1	1 à 20 000
Tl	35	35 à 20 000
U	1	1 à 2 000
V	0,2	0,2 à 20 000
Zn	30	30 à 20 000

**Tableau 6 - Métaux extractibles dans les résidus organiques (huiles)**

Élément	Limite de détection rapportée (mg/kg)	Domaine d'application (mg/kg)
Al	4	4 à 10 000
As	0,7	0,7 à 100
B	6	6 à 1 000
Be	4	4 à 100
Bi	4	4 à 100
Ca	4	4 à 10 000
Cd	0,4	0,4 à 100
Co	4	4 à 100
Cr	2,6	2,6 à 1 000
Cu	6	6 à 1 000
Fe	2	2 à 10 000
K	10	10 à 10 000
Li	10	10 à 1 000
Mg	6	6 à 10 000
Mn	4	4 à 1 000
Mo	4	4 à 100
Na	10	10 à 10 000
Ni	5	5 à 1 000
Pb	1,5	1,5 à 1 000
Sb	10	10 à 100
Se	5	5 à 100
Sn	4	4 à 1 000
Sr	10	10 à 1 000
Ti	3	3 à 1 000
V	3	3 à 1 000
Zn	5	5 à 1 000

**Tableau 7 - Métaux extractibles dans les échantillons d'air ambiant**

Élément	Limite de détection rapportée ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	Domaine d'application ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )
Ag	0,001	0,001 à 0,6
Al	0,1	0,1 à 60
As	0,001	0,001 à 0,6
B	0,2	0,2 à 6
Ba	0,001	0,001 à 6
Be	0,0002	0,0002 à 0,6
Bi	0,005	0,005 à 0,6
Ca	0,5	0,5 à 60
Cd	0,0002	0,0002 à 0,6
Co	0,0002	0,0002 à 0,6
Cr	0,003	0,003 à 6
Cu	0,002	0,002 à 6
Fe	0,1	0,1 à 60
K	0,06	0,06 à 60
Li	0,005	0,005 à 6
Mg	0,2	0,2 à 60
Mn	0,002	0,002 à 6
Mo	0,001	0,001 à 0,6
Na	0,4	0,4 à 60
Ni	0,003	0,003 à 6
Pb	0,002	0,002 à 6
Sb	0,001	0,001 à 0,6
Se	0,0005	0,0005 à 0,6
Sn	0,003	0,003 à 6
Sr	0,06	0,06 à 6
Te	0,005	0,005 à 6
Ti	0,005	0,005 à 6
Tl	0,005	0,005 à 6
U	0,001	0,001 à 0,6
V	0,007	0,007 à 6
Zn	0,06	0,06 à 6



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

**Québec** 