

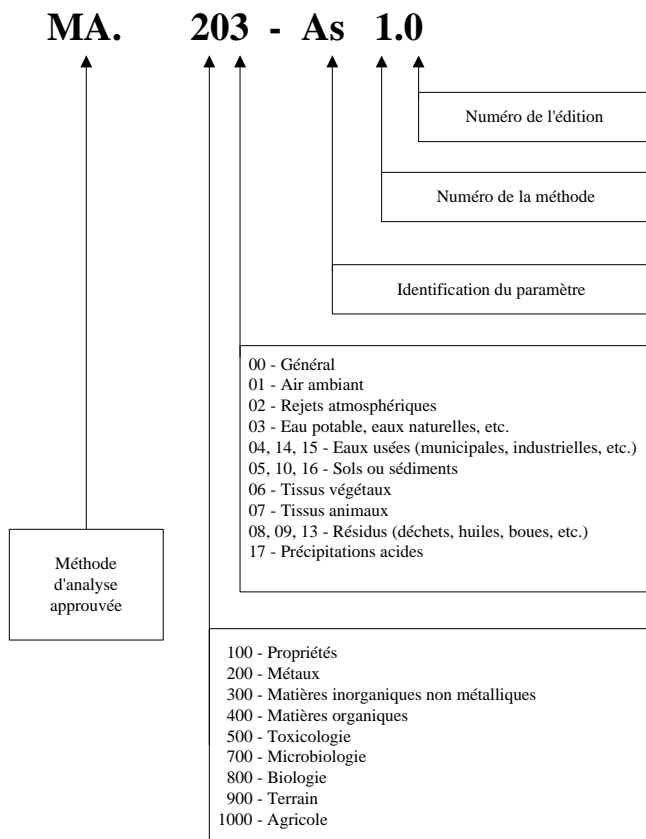
Méthode d'analyse



MA. 203 – Mét.Tra. ext. 1.0

Détermination des métaux extractibles à l'état de trace en conditions propres dans l'eau : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination des métaux extractibles à l'état de trace en conditions propres dans l'eau : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon,
MA. 203 – Mét.Tra. ext. 1.0, Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 2013, 15 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, 2013

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	4
1. DOMAINE D'APPLICATION	4
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. INTERFÉRENCE	5
4. CONSERVATION	5
5. APPAREILLAGE	5
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	11
7.1. Préparation spéciale du matériel	11
7.2. Extraction des métaux	11
7.3. Préparation des échantillons	12
7.4. Dosage	12
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	13
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	14
10. BIBLIOGRAPHIE	14
ANNEXE 1 : PROTOCOLE DE DÉCONTAMINATION DU MATÉRIEL	15

INTRODUCTION

La présence de métaux à l'état soluble dans l'environnement est principalement liée à l'action des agents atmosphériques sur le sol. À cette source naturelle s'ajoutent les rejets liquides industriels, municipaux et agricoles de même que les émissions liées à la lixiviation de déchets. Enfin, les rejets atmosphériques des cheminées de certains procédés industriels contiennent diverses substances solides ou volatiles qui renferment des métaux et des métalloïdes.

Plusieurs écosystèmes nécessitent cette présence de métaux; c'est notamment le cas du potassium, du calcium et du magnésium. À des niveaux de concentration relativement faible, la présence d'oligoéléments, comme le zinc, est bénéfique pour la croissance des plantes. Toutefois, plusieurs métaux peuvent présenter des risques pour l'environnement, comme l'arsenic, le cadmium, le plomb et le mercure. La présence de métaux toxiques dans l'environnement est généralement associée à une contamination du milieu, et l'analyse chimique permet d'en mesurer la concentration.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer la concentration de métaux dans l'eau souterraine et les eaux de surface.

Élément	Limite inférieure ($\mu\text{g/l}$)	Limite supérieure ($\mu\text{g/l}$)
Ag	0,003	2,5
Al	0,5	1000
As	0,09	10
B	0,3	50
Ba	0,03	100
Be	0,010	2,5
Cd	0,006	2,5
Co	0,008	10
Cr	0,04	10
Cu	0,07	10
Fe	0,5	2000
Mn	0,03	100
Mo	0,01	10
Ni	0,05	10
Pb	0,03	2,5
Sb	0,005	10
Se	0,3	10
Sr	0,3	2000
U	0,006	50
V	0,10	10
Zn	0,7	50

Le domaine d'application peut être étendu au-delà de cette limite supérieure par dilution de l'échantillon.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Dans une première étape, l'échantillon est minéralisé à l'aide d'acides nitrique et chlorhydrique dans un bloc de digestion pour en extraire les métaux non solubles.

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 ensuite introduits dans la chambre du spectromètre de masse, où ils sont dirigés par une lentille ionique chargée vers un quadrupôle et où les métaux ionisés seront séparés selon leur rapport masse/charge.

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

3. INTERFÉRENCE

Les interférences les plus fréquentes sont celles de type polyatomique (formation d'ions moléculaires à partir des éléments contenus dans l'échantillon) et isobarique (même masse atomique pour deux éléments différents). Les interférences isobariques sont éliminées par le logiciel de l'appareil à l'aide d'équations de correction. Les interférences polyatomiques sont éliminées à l'aide de la cellule à réaction, jumelée, dans certains cas à une équation de correction.

4. CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif avec du matériel décontaminé (*cf.* annexe 1) et le transvider dans une bouteille en polyéthylène de basse densité (LDPE) ou de haute densité (HDPE), ou en téflon (TFE). Cette bouteille doit être décontaminée et contenir l'agent de préservation [0,5 ml de HNO₃ 50 % (V/V) de qualité ultratrace SeastarTM (*cf.* 6.5) pour 125 ml]. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

5. APPAREILLAGE

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

- 5.1. Bloc de digestion de marque digiPREP MS de SCP Science
- 5.2. Tubes de 50 ml et verres de montre décontaminés
- 5.3. Verres de montre, décontaminés, en polypropylène
- 5.4. Spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon, de marque Perkin Elmer Sciex, modèle Elan DRC II
- 5.5. Chambre de nébulisation de type cyclonique

- 5.6. Nébuliseur concentrique de type Meinhard®
- 5.7. Échantillonneur de marque Perkin Elmer Sciex, modèle AS93 plus
- 5.8. Logiciel d'exploitation Elan de marque Perkin Elmer Sciex
- 5.9. Tubes de 12 ml en polypropylène (PP) de forme conique avec bouchons en PP
- 5.10. Micropipettes avec embouts décontaminés selon la procédure de l'annexe 1

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Lorsque l'utilisation de réactifs commerciaux de qualité particulière est nécessaire, une mention à cet effet est ajoutée après le nom du produit.

À moins d'indication contraire, l'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau déminéralisée ultrapure.

- 6.1. Argon, Ar (CAS n° 7440-37-1)
- 6.2. Oxygène, O₂ (CAS n° 7782-44-7)
- 6.3. Ammoniaque, NH₃ (CAS n° 7664-41-7)
- 6.4. Acide nitrique (qualité ACS), HNO₃ (CAS n° 7697-37-2)
- 6.5. Acide nitrique (qualité Seastar™), HNO₃ (CAS n° 7607-37-2)
- 6.6. Acide chlorhydrique (qualité Seastar™), HCl (CAS n° 7697-01-1)
- 6.7. Agent de conservation pour l'échantillonnage des métaux, 50 % V/V HNO₃

Dans une fiole volumétrique en PP de 100 ml contenant environ 40 ml d'eau déminéralisée ultrapure, introduire 50 ml de HNO₃ concentré de qualité métal trace (cf. 6.4) et compléter au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée ultrapure. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

- 6.8. Solution de trempage HNO₃ 10 % pour décontamination de métaux traces

Dans un bac de trempage en polyéthylène contenant 10,8 litres d'eau, verser 1,2 litre de HNO₃ concentré de qualité ACS (cf. 6.4) et bien mélanger.

- 6.9. Solution de rinçage pour le dosage, HNO₃ 1,0 % V/V et HCl 0,5 % V/V

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 10 ml de HNO₃ concentré de qualité Seastar™ (cf. 6.5) et 5 ml de HCl (cf. 6.6) et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

- 6.10. Solution pour l'extraction des métaux, HNO₃, 50 % V/V

Dans une bouteille de téflon de 500 ml contenant 250 ml d'eau ultrapure, ajouter 250 ml de HNO₃ de qualité SeastarTM (cf. 6.5). Bien mélanger. Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement à la température ambiante.

- 6.11. Solution pour l'extraction des métaux, HCl 50 % V/V

Dans une bouteille de téflon contenant 250 ml d'eau, ajouter 250 ml de HCl concentré de qualité SeastarTM (cf. 6.6). Bien mélanger. Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement à la température ambiante.

- 6.12. Solution étalon d'argent de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ag (CAS n° 7440-22-4)

- 6.13. Solution étalon d'aluminium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Al (CAS n° 7429-90-2)

- 6.14. Solution étalon d'arsenic de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), As (CAS n° 7440-38-2)

- 6.15. Solution étalon de bore de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), B (CAS n° 7440-42-8)

- 6.16. Solution étalon de baryum de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ba (CAS n° 7440-39-3)

- 6.17. Solution étalon de béryllium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Be (CAS n° 7440-41-7)

- 6.18. Solution étalon de cadmium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cd (CAS n° 7440-43-9)

- 6.19. Solution étalon de cobalt de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Co (CAS n° 7440-48-4)

- 6.20. Solution étalon de chrome de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cr (CAS n° 7440-47-3)

- 6.21. Solution étalon de cuivre de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cu (CAS n° 7440-50-8)

- 6.22. Solution étalon de fer de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Fe (CAS n° 7439-89-6)

- 6.23. Solution étalon de manganèse de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Mn (CAS n° 7439-96-5)

- 6.24. Solution étalon de molybdène de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Mo (CAS n° 7439-98-7)

- 6.25. Solution étalon de nickel de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ni (CAS n° 7440-02-0)

- 6.26. Solution étalon de plomb de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Pb (CAS n° 7439-92-1)

- 6.27. Solution étalon d'antimoine de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sb (CAS n° 7440-36-0)

- 6.28. Solution étalon de sélénium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Se (CAS n° 7782-49-2)

- 6.29. Solution étalon de strontium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sr (CAS n° 7440-24-6)

- 6.30. Solution étalon d'uranium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), U (CAS n° 7440-61-1)

- 6.31. Solution étalon de vanadium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), V (CAS n° 7440-62-2)
- 6.32. Solution étalon de zinc de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Zn (CAS n° 7440-66-6)
- 6.33. Solutions combinées A

Pour la préparation des solutions combinées A, utiliser des fioles volumétriques dûment décontaminées en PP et introduire les volumes indiqués ci-dessous des solutions étalons. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Ces solutions peuvent être conservées environ 6 mois à la température ambiante.

Solutions	Volume à ajouter (ml)			
	Solution combinée 1A	Solution combinée 2A	Solution combinée 3A	Solution combinée 4A
Ag (cf. 6.10)	1,0			
Al (cf. 6.13)				0,5
As (cf. 6.14)		1,0		
B (cf. 6.15)			1,0	
Ba (cf. 6.16)			2,0	
Be (cf. 6.17)	1,0			
Cd (cf. 6.18)	1,0			
Co (cf. 6.19)		1,0		
Cr (cf. 6.20)		1,0		
Cu (cf. 6.21)		1,0		
Fe (cf. 6.22)				0,5
Mn (cf. 6.23)			2,0	
Mo (cf. 6.24)		1,0		
Ni (cf. 6.25)		1,0		
Pb (cf. 6.26)	1,0			
Sb (cf. 6.27)		1,0		
Se (cf. 6.28)		1,0		
Sr (cf. 6.29)				5,0
U (cf. 6.30)			1,0	
V (cf. 6.31)		1,0		
Zn (cf. 6.32)			1,0	
HNO ₃ (cf. 6.5)	2,0	10,0	5,0	5,0
Volume final	1 000	200	100	100

- 6.34. Solutions combinées B

Pour la préparation des solutions combinées B, utiliser des fioles volumétriques dûment décontaminées en PP et introduire les volumes indiqués ci-dessous des solutions étalons combinées A pour former les solutions étalons combinées B. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Ces solutions peuvent être conservées environ 6 mois à la température ambiante.

Solutions	Volume à ajouter (ml)			
	Solution combinée 1B	Solution combinée 2B	Solution combinée 3B	Solution combinée 4B
Solution combinée 1A (cf. 6.33)	2,5			
Solution combinée 2A (cf. 6.33)		4,0		
Solution combinée 3 + 4A (cf. 6.33)			5,0	
Solution combinée 5A (cf. 6.33)				2,0
HNO ₃ (cf. 6.5)	0,1	0,2	s. o.	0,1
Volume final	50	200	100	100

6.35. Solutions étalons

Pour la préparation des étalons de dosage, utiliser des fioles volumétriques en PP et introduire, à l'aide de pipettes, les volumes indiqués ci-dessous des solutions combinées. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Préparer une solution témoin (blanc) avec l'acide seulement. Ces solutions peuvent être conservées environ 6 mois à la température ambiante.

Solutions	Volumés à ajouter					
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5	Étalon 6
Solution combinée 1A (cf. 6.33)			0,5	0,5	1,25	
Solution combinée 1B (cf. 6.34)	0,5	2,0				
Solution combinée 2A (cf. 6.33)			0,4	0,5	1,0	
Solution combinée 2B (cf. 6.34)	0,5	2,5				
Solutions combinées 3A (cf. 6.33)			0,5	0,5	1,25	2,5
Solutions combinées 3B (cf. 6.34)	0,5	1,0				
Solution combinée 4A (cf. 6.33)			0,4	0,5	2,0	
Solution combinée 4B (cf. 6.34)	0,5	2,5				
Al						0,5
Fe						0,5
HNO ₃ (cf. 6.5)	1,0	1,0	2,0	1,0	1,0	0,835
Volume final	500	500	1 000	500	500	500

Concentration des métaux dans les étalons

Métaux	Concentration (µ g/l)					
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5	Étalon 6
Ag	0,05	0,2	0,5	1,0	2,5	
Al	1,0	5	20	50	200	1000
As	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
B	0,5	1,0	5	10	25	50
Ba	1,0	2,0	10	20	50	100
Be	0,05	0,2	0,5	1,0	2,5	
Cd	0,05	0,2	0,5	1,0	2,5	
Co	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
Cr	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
Cu	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
Fe	1	5	20	50	200	1000
Mn	1,0	2,0	10	20	50	100
Mo	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
Ni	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
Pb	0,05	0,2	0,5	1,0	2,5	
Sb	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
Se	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
Sr	1,0	5,0	20	50	200	
U	0,5	1,0	5	10	25	50
V	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
Zn	0,5	1,0	5	10	25	50

- 6.36. Solution de scandium certifiée de 1 000 mg/l, Sc (CAS n° 7440-20-2)
- 6.37. Solution de germanium certifiée de 1 000 mg/l, Ge (CAS n° 7440-56-4)
- 6.38. Solution de rhodium certifiée de 1 000 mg/l, Rh (CAS n° 7440-16-6)
- 6.39. Solution d'indium certifiée de 1 000 mg/l, In (CAS n° 7440-74-6)
- 6.40. Solution de cérium certifiée de 1 000 mg/l, Ce (CAS n° 7440-45-1)
- 6.41. Solution de terbium certifiée de 1 000 mg/l, Tb (CAS n° 7440-27-9)
- 6.42. Solution de thorium certifiée de 1 000 mg/l, Th (CAS n° 7440-29-1)
- 6.43. Solution d'yttrium certifiée de 1 000 mg/l, Y (CAS n° 7440-65-5)
- 6.44. Solution de lithium 6 certifiée de 100 mg/l, ⁶Li (CAS n° 7439-93-2)
- 6.45. Solution mère d'étalon interne

Dans une fiole volumétrique de 500 ml en PP contenant environ 400 ml d'eau et 1,0 ml de HNO₃ concentré de qualité SeastarTM (cf. 6.5), introduire 0,5 ml de chacune des solutions certifiées de 1 000 mg/l suivantes : rhodium (cf. 6.38), indium (cf. 6.39), cérium (cf. 6.40), terbium (cf. 6.41), thorium (cf. 6.42) et yttrium (cf. 6.43). Ajouter également 5,0 ml

de la solution certifiée de 1 000 mg/l de germanium (cf. 6.37) et 1,0 ml de la solution certifiée de 1 000 mg/l de scandium (cf. 6.36). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.

6.46. Solution de travail d'étalon interne SI 1

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml en PP contenant environ 800 ml d'eau, introduire 25 ml de la solution mère d'étalon interne (cf. 6.45) et 4.0 ml de la solution certifiée de 100 mg/l de lithium 6 (cf. 6.44). Ajouter par la suite 2,0 ml de HNO₃ concentré de qualité SeastarTM (cf. 6.5). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

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 ainsi que la courbe d'étalonnage suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1. PRÉPARATION SPÉCIALE DU MATÉRIEL

Tout le matériel utilisé pour l'analyse doit être confiné dans un local isolé maintenu sous pression positive, communément appelé « chambre propre ». Les personnes qui pénètrent dans cette chambre doivent porter un sarrau dédié et un recouvrement de matière plastique sur les chaussures. Les personnes qui effectuent des opérations analytiques sous la hotte à flux laminaire doivent aussi porter un bonnet pour recouvrir leurs cheveux et des manchons pour couvrir complètement leurs avant-bras.

Toutes les fioles volumétriques et les tubes utilisés pour les manipulations analytiques doivent être en plastique (PP, LDPE ou HDPE). Les procédures de décontamination des tubes sont décrites à l'annexe 1.

7.2. EXTRACTION DES MÉTAUX

- Dans un tube gradué de 50 ml décontaminé, mesurer 40 ml d'échantillon.
- Ajouter 640 µl d'acide nitrique 50 % (V/V) et 400 µl d'acide chlorhydrique 50 % (V/V).
- Placer sur le bloc digesteur avec verre de montre et mettre et chauffer à 95 °C pendant 120 minutes.
- Laisser refroidir et jauger le tube à 40 ml avec de l'eau ultrapure.
- Agiter et laisser décanter.

7.3. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Transvider une partie aliquote de l'échantillon extrait dans un tube de 12 ml en PP pour le dosage et placer sur le carrousel selon la séquence d'analyse.

7.4. DOSAGE

Le dosage des échantillons est effectué à l'aide d'un spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon. L'étalonnage, de type linéaire, est réalisé à l'aide des solutions étalons. L'analyse s'effectue selon les modes et les masses déterminés dans le tableau suivant.

Élément	Mode	Masse
Ag	Standard	107
Al	Standard	27
As*	Standard	75
As	DRC NH ₃	75
B	Standard	11
Ba	Standard	138
Be	Standard	9
Cd	Standard	111
Co	Standard	59
Co*	DRC NH ₃	59
Cr*	Standard	53
Cr	DRC NH ₃	52
Cu	Standard	63
Cu*	DRC NH ₃	65
Fe	DRC NH ₃	54
Fe*	DRC NH ₃	56
Mn	Standard	55
Mo	Standard	98
Ni	DRC NH ₃	58
Pb	Standard	208
Sb	Standard	121
Se*	DRC NH ₃	78
Se	DRC O ₂	78
Sr	Standard	88
U	Standard	238
V*	Standard	51
V	DRC NH ₃	51
Zn	DRC NH ₃	64
Zn*	Standard	66

* Utiliser pour confirmation.

Les paramètres analytiques de l'appareil sont les suivants :

- Débit des échantillons : 0,5 ml/min
- Débit des solutions de rinçage : 1 ml/min
- Rinçage entre les échantillons : 1,2 ml/min pendant 200 s
- Débit du gaz auxiliaire : 1,2 l/min
- Débit du gaz de plasma : 15 l/min
- Voltage de la lentille : 6,25 V (peut varier entre 5 et 10 V)
- RF ICP : 1 100 W
- Voltage analogue : environ - 1 775 V
- Voltage d'impulsion : environ 1 050 V
- Débit des gaz dans la chambre de réaction :
 - As = 0,1 ml/min NH₃
 - Co = 0,5 ml/min NH₃
 - Cr = 0,5 ml/min NH₃
 - Cu = 0,5 ml/min NH₃
 - Fe = 0,5 ml/min NH₃
 - Ni = 0,5 ml/min NH₃
 - Se = 0,3 ml/min NH₃
 - Se = 0,3 ml/min O₂
 - V = 0,3 ml/min NH₃
 - Zn = 0,5 ml/min NH₃
- Nébuliseur de type Meinhard[®] avec chambre cyclonique et cônes de platine.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont obtenus directement à l'aide du logiciel; ils sont calculés en µg/l à l'aide d'une régression linéaire de la réponse des étalons et sont corrigés par les étalons internes. Au besoin, réintégrer les données en suivant le programme du logiciel. Le cas échéant, multiplier par le facteur de dilution.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne ± 2 écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts types.
Duplicata et répliqués	Les valeurs obtenues ne doivent pas différer de plus de 10 % de la valeur moyenne de la concentration analysée.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de quantification.
Ajouts dosés	Le pourcentage de récupération doit être entre 80 et 120 %.
Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur à 0,995.

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

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. *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]

COSSA D., B. RONDEAU, T. T. PHAM, S. PROULX et B. QUÉMERAIS. *Principes et pratiques d'échantillonnage d'eaux naturelles en vue du dosage de substances et d'éléments présents à l'état de traces et ultratracés*, Environnement Canada – Région du Québec, Conservation de l'environnement, Centre Saint-Laurent. Document de travail DT-5, 28 pages, 1996.

RANCOURT L. et A. TESSIER. *Développement et application de la dialyse in situ pour la mesure de métaux traces dissous*, INRS-Eau, Rapport de recherche n° R-604, 55 pages, 3 annexes, 2001.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Method 1638, Determination of Trace elements in ambient waters by inductively coupled plasma-Mass spectrometry, 1996.

ANNEXE 1 : PROTOCOLE DE DÉCONTAMINATION DU MATÉRIEL

Cette procédure de décontamination s'applique à tout le matériel venant en contact avec les échantillons, tant lors de l'échantillonnage que lors du transfert des échantillons et du dosage.

Toutes les manipulations de matériel doivent être effectuées avec des gants en polyéthylène propres (sans enduit de poudre à l'intérieur), tant lors de la décontamination que lors des manipulations subséquentes d'échantillonnage et de dosage.

Toutes les manipulations de décontamination et de rinçage doivent être effectuées sous une hotte à flux laminaire de classe 100 pour protéger les échantillons de la contamination. Cette hotte doit toutefois posséder une ventilation extérieure pour évacuer les vapeurs d'acide et assurer ainsi la protection du personnel.

La procédure suivie pour le lavage des contenants d'échantillonnage et du matériel pour le transfert des échantillons et les manipulations relatives au dosage par ICP-MS en conditions propres est telle que décrite dans Cossa *et al.* (1996).

1. PROCÉDURE POUR LE MATÉRIEL NEUF

- 1.1. Laver les contenants neufs avec du savon, laisser tremper quelques heures et rincer à l'eau ultrapure 7 fois.
- 1.2. Faire tremper le matériel dans l'acide nitrique HNO₃ 50 % (V/V) pendant 3 jours et rincer à l'eau ultrapure 7 fois.
- 1.3. Faire tremper le matériel dans l'acide nitrique HNO₃ 10 % (V/V) pendant 3 jours et rincer à l'eau ultrapure 7 fois.
- 1.4. Faire tremper le matériel dans l'eau ultrapure au moins 3 jours pour enlever les traces d'acide et rincer à l'eau ultrapure 7 fois.
- 1.5. Dans deux sacs en polyéthylène, entreposer le matériel d'échantillonnage rempli d'eau ultrapure ou légèrement acidifiée avec l'acide nitrique HNO₃ Seastar™ (*cf.* 6.5) pour obtenir une teneur de 0,1 % V/V.
- 1.6. Faire sécher le matériel de travail (embouts, tubes de transfert d'échantillons, godets pour échantillonneur, etc.) sous la hotte à flux laminaire, et conserver par la suite dans deux sacs en polyéthylène jusqu'à utilisation.

2. PROCÉDURE POUR LE MATÉRIEL USAGÉ

Après utilisation, le matériel usagé n'est pas jeté, à moins de contamination importante. Il est préférable de le décontaminer de nouveau, car la procédure est moins longue. Toutefois, les embouts de micropipettes et de macropipettes utilisés sont jetés après utilisation. La procédure pour le matériel usagé est donc la suivante.

- 2.1. Rincer le matériel à l'eau chaude.
- 2.2. Rincer avec de l'eau déminéralisée.
- 2.3. Faire tremper le matériel dans le savon pour une durée de 3 jours.
- 2.4. Rincer le matériel à l'eau ultrapure 7 fois.
- 2.5. Procéder aux étapes 1.3 à 1.6 de la procédure de décontamination du matériel neuf.