

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

Méthode d'analyse

MA.207 – Hg 2.1

2023-00-28 (révision 3)

Détermination du mercure dans les tissus
biologiques par décomposition thermique : dosage
par photométrie UV

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

Internet : 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^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7
Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2023
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN 978-2-550-94048-7 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec – 2023

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	2
4. Prélèvement et conservation	2
5. Matériel et appareillage	3
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	3
7.1 Traitement des nacelles	3
7.2 Étalonnage de l'appareil	3
7.3 Préparation des échantillons	4
7.4 Analyse	4
8. Calcul et expression des résultats	5
9. Critères d'acceptabilité	5
10. Bibliographie	5
ANNEXE A	6
Échantillons (broyage et coupe de filet)	6

Introduction

Le mercure et plusieurs de ses composés sont passablement volatils. Par conséquent, ils sont présents dans les rejets atmosphériques de nombreux procédés industriels qui comportent du mercure dans les matières premières. Le mercure présent dans l'atmosphère peut être entraîné sur de grandes distances avant de retomber au sol, souvent lors d'épisodes de précipitations. La lixiviation du mercure du sol par les eaux de ruissellement ou par des inondations constitue un moyen d'entraîner le mercure en milieu aquatique. Les rejets liquides ou solides de divers procédés industriels représentent aussi des sources potentielles de contamination par le mercure.

En milieu réducteur, le mercure se trouve principalement sous forme de sulfure. Ce mercure inorganique peut, dans des conditions anaérobies, être transformé par des micro-organismes en composés organomercuriels, dont le plus courant est le méthylmercure. Ces composés peu solubles dans l'eau peuvent s'associer facilement aux matières en suspension et aux substances organiques et être absorbés par les organismes aquatiques. Le méthylmercure a une grande affinité pour les lipides et se concentre dans les tissus gras des organismes vivants.

1. Domaine d'application

La méthode MA.207 – Hg 2.1 sert à déterminer le mercure dans les tissus biologiques. Le domaine d'application de cette méthode est de 0,01 mg/kg à 6 mg/kg. Ces limites s'appliquent lorsqu'un échantillon de 0,10 g est utilisé. Il est donc possible de modifier la plage de mesure en ajustant le poids de l'échantillon. Une augmentation du poids permet d'abaisser la limite de détection et, par conséquent, la plage de mesure.

2. Principe et théorie

Les échantillons de tissus biologiques sont décomposés thermiquement dans une fournaise à température contrôlée et en présence d'oxygène. Les gaz de combustion sont ensuite traités dans un tube catalytique. Le mercure est amalgamé par la suite sur un support en or. Après désorption par chauffage, le mercure est dosé par spectrométrie UV à 254 nm à l'aide de deux cellules de sensibilité différentes placées en série. Le signal est mesuré dans chaque cellule. La cellule à parcours long permet le dosage des basses concentrations tandis que la cellule avec un parcours court permet de doser les hautes concentrations de mercure.

3. Interférence

Dans des circonstances très particulières, le mercure peut être contenu dans des matrices résistantes à la décomposition thermique, comme des silicates.

Le bruit de fond de l'appareil est affecté par la présence de mercure dans l'atmosphère. De plus, des effets de mémoire peuvent être observés à la suite d'analyses consécutives d'un échantillon de haute, puis de basse concentration. Si possible, il faut regrouper les échantillons de basse et de haute concentration ou utiliser des blancs entre chaque analyse.

Des gaz comme le chlore libre ou certains composés organiques ne devraient pas interférer, puisqu'ils sont évacués avant le passage du mercure dans la cellule en raison de la rétention causée par la formation de l'amalgame.

4. Prélèvement et conservation

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant ou un sac de plastique exempt de contaminant.

Congeler l'échantillon à environ -20 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

Dans le cas des poissons, s'ils doivent être éviscérés, l'opération est effectuée immédiatement après le prélèvement, tout en conservant les organes pour les analyses ultérieures. Le mode de conservation demeure le même que celui qui est indiqué plus haut.

5. Matériel et appareillage

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

- 5.1 Un analyseur de mercure de marque Teledyne Leeman modèle Hydra IIc avec logiciel de contrôle Envoy
- 5.2 Nacelles de nickel
- 5.3 Balance analytique et poids contrôlés

6. Réactifs et étalons

- 6.1. Oxygène, O₂ (CAS n° 7782-44-7)
- 6.2. Matériau de référence certifié Dolt-5 ou équivalent
- 6.3. Matériau de référence interne ou équivalent

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, document DR-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 Traitement des nacelles

- Les nacelles sont nettoyées avec une brosse et récurées de façon à enlever les substances qui pourraient adhérer aux parois.
- Pour les nacelles neuves, un conditionnement à 800 °C pendant une heure est effectué avant leur première utilisation.

7.2 Étalonnage de l'appareil

7.2.1 Étalonnage à partir d'étalons solides

Le tableau suivant présente les masses de matériaux de référence à peser pour établir la courbe d'étalonnage. Peser la masse de matériaux de référence dans une nacelle de nickel et analyser. L'étalonnage peut demeurer valide aussi longtemps que les résultats des matériaux de référence insérés dans les séquences d'analyse demeurent acceptables.

MRC	Masse à peser (g)	Quantité de Hg introduite (ng)
-	0	0
<u>Dolt-5</u>	<u>0,0114</u>	5
<u>Dolt-5</u>	<u>0,0227</u>	10
<u>Dolt-5</u>	<u>0,0341</u>	15
<u>Dolt-5</u>	<u>0,0455</u>	20
<u>Dolt-5</u>	<u>0,0568</u>	25
MR interne (moy)	0,0146	30
MR interne (moy)	0,0195	40
MR interne (moy)	0,0487	100
MR interne (moy)	0,0975	200
MR interne (moy)	0,1462	300
MR interne (moy)	0,1949	400
MR interne (moy)	0,2437	500

7.3 Préparation des échantillons

Si les échantillons nécessitent une étape de préparation (broyage, tamisage, séchage ou coupe de filet), suivre la procédure de préparation décrite dans l'annexe A.

7.4 Analyse

- Peser entre 0,05 et 0,1 g d'échantillon dans une nacelle de nickel et placer cette dernière sur le support à 14 positions de l'Hydra II.
- Placer le support à 14 positions dans la zone de chargement de l'auto-échantillonneur, derrière les deux butoirs d'arrêt.
- Vérifier si la pression d'oxygène est suffisante dans le cylindre pour réaliser la séquence d'analyse au complet, sinon changer le cylindre.
- Ouvrir le logiciel Envoy sur le poste de travail.
- Cliquer sur la flèche de démarrage verte pour que l'instrument se mette à chauffer le catalyseur et allume la lampe au mercure.
- Dans l'onglet « Sequence », entrer les masses pesées pour chacun des échantillons dans leur position respective. Sauvegarder la séquence une fois toutes les masses inscrites.
- Dans l'onglet « Analysis », créer un nouveau chapitre avec la date d'analyse pour permettre l'enregistrement des données

- Retourner dans l'onglet « Sequence » et démarrer la séquence d'analyse. Après l'analyse, fermer l'appareil, l'ordinateur et l'entrée d'oxygène.

8. Calcul et expression des résultats

Les résultats de la concentration de mercure sont directement affichés par l'appareil. La hauteur du pic et le poids du matériel analysé permettent de calculer la concentration dans l'échantillon.

9. Critères d'acceptabilité

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est du type quadratique et le coefficient de corrélation (r) doit être au minimum de 0,995.
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	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou répliqués) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 20 %.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas dépasser trois fois la limite de détection.

Le chimiste peut valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

10. Bibliographie

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, ministère de l'Environnement et de la lutte contre les changements climatiques, 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 de l'Environnement et de la lutte contre les changements climatiques, édition courante, [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf].

JOURNAL OF FOOD PROTECTION. *A detailed study of thermal decomposition, amalgamation/atomic absorption spectrophotometry methodology for the quantitative analysis of mercury in fish and hair*, vol. 69, n° 11, 2006, p. 2720-2728.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Method 7473, *Mercury in solids and solutions by thermal decomposition, amalgamation, and atomic absorption spectrophotometry*, 2007.

ANNEXE A

Échantillons (broyage et coupe de filet)

Tissus biologiques

- Envelopper une planche à découper avec une feuille d'aluminium, le côté mat vers l'extérieur.
 - Rincer tout le matériel avec de l'éthanol, incluant le moulin à viande et ses composantes, les couteaux à filets, les cuillères, les bocaux, etc., et l'assécher.
 - Laisser l'échantillon décongeler.
 - Il est possible de ne prélever qu'un morceau du filet d'environ 30 g et de le placer dans un sac en plastique. Lors de l'analyse, une aliquote sera prélevée directement à même ce morceau en évitant de prendre la peau.
 - Pour les poissons entiers, utiliser une grille avec des ouvertures moyennes (4-4,5 mm) pour le premier broyage et une grille avec de petites ouvertures (2-2,5 mm) pour les broyages subséquents.
 - Le matériel est nettoyé entre chaque échantillon de la façon suivante :
 - Laver au moyen d'un jet d'eau chaude et d'une brosse en métal chaque pièce venant en contact avec l'échantillon.
 - Rincer à deux reprises chaque pièce avec de l'eau et effectuer deux autres rinçages avec de l'éthanol.
 - Assécher et remonter le moulin à viande en prenant soin de ne pas contaminer les pièces.
- NOTE – Utiliser des gants en nitrile pour manipuler les pièces venant en contact avec l'échantillon.**
- L'homogénat est ensuite placé dans un sac en plastique. Refermer et conserver à une température se situant entre -10 et -20 °C.



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

Québec 