

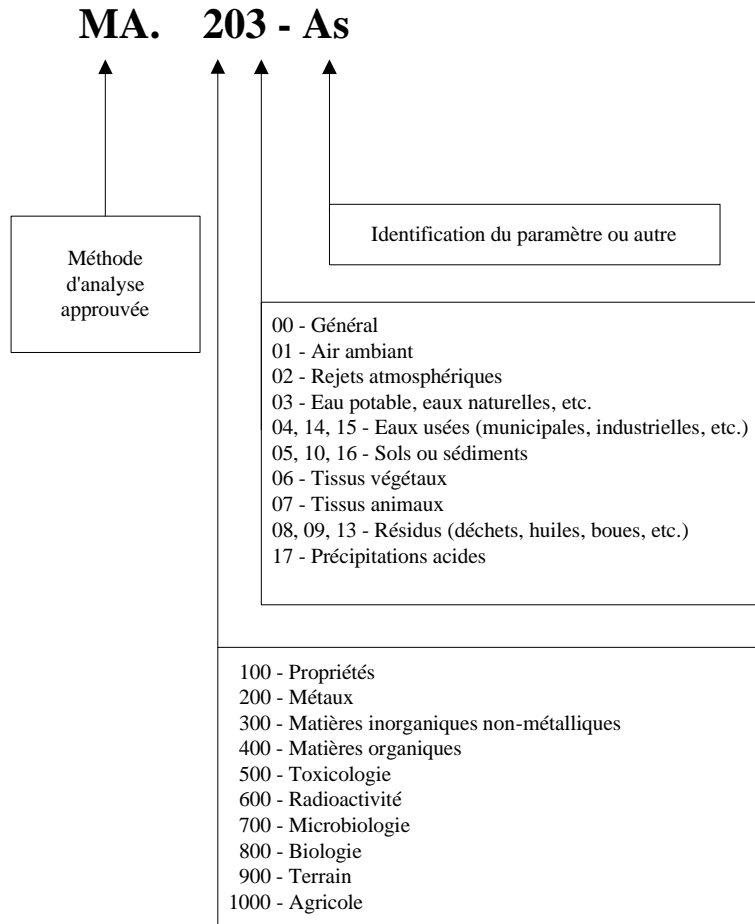
Méthode d'analyse



MA. 200 – Mét-P ass. 1.0

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

Comment fonctionne la codification?



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

Référence à citer :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination des métaux assimilables et du phosphore : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon, MA. 200 – Mét-P ass. 1.0, Rév. 2,
Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 2014, 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@mddelcc.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2014

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. INTERFÉRENCE	6
4. CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	12
7.1. Préparation de l'échantillon	12
7.2. Dosage	13
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	13
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	13
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	14
10. BIBLIOGRAPHIE	14

INTRODUCTION

Les principales sources d'émission de métaux dans l'environnement proviennent de l'industrie minière et de l'industrie métallurgique. Les minéraux sont des éléments essentiels à la croissance des plantes. Cependant, l'ingestion des métaux par l'homme peut être à l'origine de cas d'empoisonnement aigus ou chroniques.

Selon le Règlement sur les exploitations agricoles, certaines contraintes sur les épandages s'appliquent aux sols ayant des concentrations de métaux et de phosphore.

La présence de phosphore dans les solides provient de l'activité industrielle et de l'épandage de fumier sur les terres agricoles. Le phosphore n'est pas toxique pour l'homme, les animaux ou les poissons. C'est surtout pour ralentir l'eutrophisation des systèmes aquatiques que la teneur en phosphore est surveillée.

Cette méthode est basée sur la méthode ME-3 intitulée *Détermination de P, K, Ca, Mg, Na et des oligo-éléments disponibles du sol par la méthode Mehlich-3*, publiée par le Conseil des productions végétales du Québec inc.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des métaux assimilables (Mehlich III) et du phosphore assimilable dans les échantillons solides. Les limites de détection rapportées et le domaine d'application pour chacun des éléments se situent dans les limites suivantes :

Éléments	Limite de détection rapportée (mg/kg)	Domaine d'application (mg/kg)
Al	12	12 à 50
Ca	17	17 à 50
Cu	0,5	0,5 à 50
K	3,0	3,0 à 50
Mg	3,0	3,0 à 50
Mn	0,5	0,5 à 50
P	4,4	4,4 à 200
Zn	0,5	0,5 à 50

Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées aux échantillons avant le dosage.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Dans une première étape, l'échantillon solide est mis en contact avec une solution extractive (Mehlich III) pour solubiliser les métaux et le phosphore. 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 éléments contenus dans l'échantillon sont atomisés et ionisés dans le plasma. Les ions produits sont introduits dans la chambre du spectromètre de masse où ils sont dirigés par une série de plaques métalliques chargées, séparés par un quadropôle, pour être finalement captés par un détecteur.

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

3. INTERFÉRENCE

Les interférences les plus fréquentes sont les interférences polyatomiques et isobariques (ions ou molécules dont la masse est la même que celle mesurée). Ces interférences peuvent être corrigées à l'aide d'équations.

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). L'échantillon doit être dilué avant d'être dosé.

4. CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique ou de verre.

Aucun agent de préservation n'est requis. Conserver l'échantillon **en le réfrigérant entre 0 °C et 6 °C**. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois. Le délai entre l'extraction et le dosage ne doit pas excéder 48 heures.

5. APPAREILLAGE

- 5.1. Spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon muni d'un échantillonneur automatique
- 5.2. Étuve à 37 °C ± 2 °C
- 5.3. Plaque agitatrice (environ **200** agitations/minute)
- 5.4. Cuillère de 3 cm³ calibrée ou balance dont la sensibilité est de 0,01 g. **La cuillère doit être calibrée en suivant la procédure indiquée dans la méthode pour la masse volumique (MA. 100 – Mas.Vol. 1.0).**

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS. 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 préparées peuvent être conservées indéfiniment à la température ambiante. Cependant, elles doivent être refaites s'il y a un changement de couleur à la solution ou s'il y a formation d'un précipité.

- 6.1. Acide acétique, $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$ (CAS n° 64-19-7)
- 6.2. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.3. Acide nitrique, HNO_3 (CAS n° 7697-37-2)
- 6.4. Fluorure d'ammonium, NH_4F (CAS n° 12125-01-8)
- 6.5. Nitrate d'ammonium, NH_4NO_3 (CAS n° 6484-52-2)
- 6.6. Acide éthylène diamine tétraacétate, EDTA (CAS n° 60-00-4)
- 6.7. Solution mère Mehlich III

Dans une fiole jaugée de 200 ml, dissoudre 11,11 g de fluorure d'ammonium (cf. 6.4) dans environ 100 ml d'eau. Ajouter 5,85 g d'EDTA (cf. 6.6), le dissoudre et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

NOTE – Conserver cette solution dans un contenant de plastique.

- 6.8. Solution extractive Mehlich III

Dans une fiole de 1 000 ml, dissoudre 20,01 g de nitrate d'ammonium (cf. 6.5), 10 ml de la solution mère Mehlich III (cf. 6.7), 11,5 ml d'acide acétique (cf. 6.1) et 0,8 ml d'acide nitrique (cf. 6.3) dans environ 800 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

NOTE – Conserver cette solution dans un contenant de plastique.

Solutions étalons

NOTE – Les solutions étalons commerciales sont de 1 000 mg/l ou de 10 000 mg/l et elles sont de qualité spectroscopique. Il n'est pas nécessaire de les utiliser toutes. Si elles sont indiquées, c'est parce qu'elles peuvent servir à doser d'autres types d'échantillons.

- 6.9. Solution étalon d'antimoine
- 6.10. Solution étalon d'aluminium
- 6.11. Solution étalon d'argent
- 6.12. Solution étalon d'arsenic
- 6.13. Solution étalon de baryum
- 6.14. Solution étalon de béryllium

- 6.15. Solution étalon de bore
- 6.16. Solution étalon de cadmium
- 6.17. Solution étalon de calcium
- 6.18. Solution étalon de cérium
- 6.19. Solution étalon de chrome
- 6.20. Solution étalon de cobalt
- 6.21. Solution étalon de cuivre
- 6.22. Solution étalon d'étain
- 6.23. Solution étalon de fer
- 6.24. Solution étalon de lithium
- 6.25. Solution étalon de magnésium
- 6.26. Solution étalon de manganèse
- 6.27. Solution étalon de molybdène
- 6.28. Solution étalon de nickel
- 6.29. Solution étalon de plomb
- 6.30. Solution étalon de potassium
- 6.31. Solution étalon de praséodymium
- 6.32. Solution étalon de scandium
- 6.33. Solution étalon de sélénium
- 6.34. Solution étalon de sodium
- 6.35. Solution étalon de strontium
- 6.36. Solution étalon de thallium
- 6.37. Solution étalon d'uranium
- 6.38. Solution étalon de vanadium
- 6.39. Solution étalon d'yttrium

- 6.40. Solution étalon de zinc
- 6.41. Phosphate de potassium monobasique, KH_2PO_4 (CAS n° 7778-77-0)
- 6.42. Solution mère de phosphore de 10 000 mg/l P

Dissoudre 4,394 g de KH_2PO_4 (cf. 6.41) préalablement séché à 105 °C dans environ 80 ml d'eau et compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve 2 ans.

- 6.43. Solution intermédiaire de phosphore de 1 000 mg/l P

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution étalon de phosphore de 10 000 mg/l P (cf. 6.42) dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 6 mois à environ 4 °C.

- 6.44. Solution mère 1, As, Sn, Se 5 mg/l et Pb 50 mg/l

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

NOTE – Toutes les solutions de métaux utilisées pour la préparation proviennent de la section 6.9 à 6.40.

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes, de micropipettes ou des deux, 2 ml de HNO_3 (cf. 6.3), 1 ml de HCl (cf. 6.2), 500 µl des solutions étalons d'arsenic (cf. 6.12), d'étain (cf. 6.22) et de sélénium (cf. 6.33) de 1 000 mg/l et 500 µl de la solution étalon de plomb (cf. 6.29) de 10 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

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

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

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes, de micropipettes ou des deux, 1 ml de HNO_3 (cf. 6.3), 500 µl des solutions étalons de béryllium (cf. 6.14), de cadmium (cf. 6.16), de cobalt (cf. 6.20) et d'uranium (cf. 6.37) de 1 000 mg/l et 5 ml des solutions étalons d'aluminium (cf. 6.10), de bore (cf. 6.15), de chrome (cf. 6.19), de cuivre (cf. 6.21), de fer (cf. 6.23), de potassium (cf. 6.30), de magnésium (cf. 6.25), de manganèse (cf. 6.26), de sodium (cf. 6.34), de nickel (cf. 6.28), de strontium (cf. 6.35), de

vanadium (cf. 6.38) et de zinc (cf. 6.40) de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

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

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

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml de HNO₃ (cf. 6.3), 5 ml des solutions étalons de baryum (cf. 6.13) et de calcium (cf. 6.17) de 1 000 mg/l et 500 µl des solutions étalons d'argent (cf. 6.11), de molybdène (cf. 6.27) et d'antimoine (cf. 6.9) de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.47. Solutions étalons combinées de métaux

Le tableau suivant donne les concentrations à obtenir pour chaque métal ainsi qu'un exemple des volumes des solutions mères 1, 2 et 3 et d'acide nitrique (cf. 6.3) à utiliser.

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

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

Ces solutions se conservent 1 mois.

6.48. Solutions étalons de phosphore

Le tableau suivant donne les concentrations à obtenir pour le phosphore ainsi qu'un exemple des volumes de la solution mère de phosphore (cf. 6.43) à utiliser.

Solution étalon	Élément	Conc. finale (mg/l)	Volume solution intermédiaire phosphore (ml)	Volume final (ml)	Volume HNO ₃ (ml)
1	P	0	0	100	1
2	P	0,4	0,04	100	1
3	P	4,0	0,4	100	1
4	P	8,0	0,8	100	1

Ces solutions se conservent 1 mois à environ 4 °C.

Réactifs pour l'instrument

6.49. Solution d'acide nitrique d'environ 1 % (V/V)

Dans un contenant de 1 litre jaugé, diluer 10 ml de HNO₃ (cf. 6.3) dans environ 700 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution est également utilisée pour diluer les échantillons et pour l'entretien des cônes.

6.50. 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 d'une pipette, 1 ml des solutions étalons de scandium (cf. 6.32), d'yttrium (cf. 6.39) et de praséodymium (cf. 6.31) de 1 000 mg/l et 10 ml de HNO₃ (cf. 6.3). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

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

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire 200 ml d'eau, 50 ml d'acide nitrique (cf. 6.3) 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 le Ag. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an à la température ambiante.

6.52. Solution de calibration (facteur P/A)

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 10 ml de la solution mère de calibration (P/A facteur) (cf. 6.51). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an à la température ambiante.

6.53. Solution mère de calibration

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 1 ml des solutions étalons de 1 000 mg/l de cérium (cf. 6.18), de cobalt (cf. 6.20), de lithium (cf. 6.24), de thallium (cf. 6.36) et d'yttrium (cf. 6.39) et 1 ml d'acide nitrique (cf. 6.3). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.54. Solution de calibration

Dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire 50 µl de la solution mère de calibration (cf. 6.52) et 5 ml d'acide nitrique (cf. 6.3). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

- L'échantillon est séché dans une étuve à 37 °C pendant une nuit, puis tamisé à 2 mm.

NOTE – Aucun séchage ni broyage n'est nécessaire pour les échantillons destinés à des études de la performance « AGS ».

- Ajouter 1 cuillère de 3 cm³ de sol dans un contenant pouvant être bouché d'une façon étanche.

NOTE – La procédure pour utiliser une cuillère est la suivante : plonger la cuillère au centre de l'échantillon de sol avec un mouvement rotatif de façon à avoir un excès de sol dans la cuillère (ne pas compacter le sol en appuyant la cuillère sur le côté du récipient). Retirer la cuillère de l'échantillon et frapper trois fois sur le côté de la cuillère. Raser l'excédent de l'échantillon contenu dans la cuillère avec une spatule en une seule fois pour éviter de compacter le sol.

- Ajouter 30 ml de la solution extractive Mehlich III (cf. 6.8). Boucher et agiter pendant 5 minutes avec un agitateur mécanique (environ 200 agitations/minute).

NOTE – Un poids de solide différent peut être utilisé mais toujours conserver le rapport solide/liquide de 1:10.

- Filtrer sur un filtre Whatman 41 ou l'équivalent, le plus rapidement possible.

NOTE – Acidifier le filtrat avec une solution d'acide nitrique jusqu'à un pH inférieur à 2.

7.2. DOSAGE

L'étalonnage de l'instrument est fait quotidiennement.

- L'échantillon est analysé par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon.
- Après l'étalonnage, les étalons ayant la concentration la plus basse sont analysés pour s'assurer que les limites de détection de la méthode puissent être atteintes. La concentration obtenue pour un des métaux de chaque étalon est indiquée sur le formulaire de dosage.
- Les échantillons sont dilués au minimum par un facteur de 50 avant de le dosage.

7.3. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

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

8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Les courbes d'étalonnage (courbes linéaires) 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.

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

$$D = \frac{A \times B}{3} \times F$$

où

- D : concentration du métal ou du phosphore dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration du métal ou du phosphore dans la solution dosée (mg/l);
- B : volume final de l'échantillon (ml);
- F : facteur de dilution, si nécessaire;
- 3 : quantité d'échantillon utilisé (une cuillère de 3 cm³).

Les résultats de chacun des métaux ou du phosphore exprimés en kg/ha base sèche sont déterminés comme suit :

$$D = \frac{A \times B}{3} \times F \times 2,24$$

où

- D : concentration du métal ou du phosphore dans l'échantillon (kg/ha);
- A : concentration du métal ou du phosphore dans la solution dosée (mg/l);
- B : volume final de l'échantillon (ml);
- F : facteur de dilution, si nécessaire;
- 3 : quantité d'échantillon utilisé (une cuillère de 3 cm³).

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

- La courbe d'étalonnage est considérée comme acceptable si le facteur de corrélation est supérieur à 0,995.
- Le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à la solution étalon ayant la concentration la plus faible.
- En ce qui concerne les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères sont définis par le responsable désigné.
- Les résultats des étalons de vérification ne doivent pas varier de plus de 15 %.
- Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicatas ou de répliqués des échantillons ne doivent pas différer de plus de 30 % entre eux si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

10. BIBLIOGRAPHIE

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

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination de la masse volumique d'un sol agricole : méthode gravimétrique*, MA. 100 – Mas. Vol. 1.0, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, Édition courante.

<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/Ma100MasVol10.pdf>

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec.

<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante.

http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Modes de prélèvement et de conservation des échantillons relatifs à l'application du Règlement sur les matières dangereuses*, DR-09-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09_01.pdf

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante.

http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC et MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE, DES PÊCHERIES ET DE L'ALIMENTATION DU QUÉBEC. *Préparation des échantillons de sol agricole*, DR-12-PEA, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 8 p.

http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/methodes_agr/DR12PEA.pdf

CONSEIL DES PRODUCTIONS VÉGÉTALES DU QUÉBEC. *Détermination des minéraux et oligo-éléments par la méthode Mehlich*, Agdex 533, Juin 1988, 10 pages.