

Méthode d'analyse

MA. 203 – Mét. Trace

| 2024-06-25 (Révision 5)

Détermination des métaux à l'état de trace en conditions propres dans l'eau : méthode par spectrométrie de masse en tandem

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le 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 (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

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

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2024
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN 978-2-550-98405-4 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.
© Gouvernement du Québec – 2024

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	3
3. Interférence	3
4. Conservation	3
5. Matériel et appareillage	4
6. Réactifs et étalons	4
7. Protocole d'analyse	14
7.1 Préparation spéciale du matériel	14
7.2 Extraction des métaux	14
7.3 Préparation des échantillons	15
7.4 Dosage	15
8. Calcul et expression des résultats	17
9. Critères d'acceptabilité	17
10. Bibliographie	18
Annexe :	19

Introduction

La présence de métaux à l'état soluble dans l'environnement est liée principalement 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 la présence de métaux, notamment le potassium, le calcium et le magnésium. À des concentrations relativement faibles, 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 des métaux traces, des métaux traces extractibles et des métaux énumérés dans le *Règlement sur la qualité de l'eau potable* (RQEP) dans l'eau souterraine, les eaux de surface et l'eau potable. Les limites inférieures et supérieures sont indiquées dans le tableau suivant :

Élément	Mét-tr-1 et Mét-tr1-ext Limite inférieure (µg/l)	Mét-rep Limite inférieure (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)
Ag	0,002	-	2,5
Al	0,3	-	200
As	0,03	0,03	10
B	0,3	0,3	25
Ba	0,05	0,3	50
Be	0,005	-	2,5
Cd	0,005	0,04	2,5
Co	0,003	-	10
Cr	0,04	0,04	10
Cs	0,004		10
Cu	0,02	0,1	10
Fe	0,1	-	200
Ga	0,005		10
In	0,004		10
Mn	0,01	-	50
Mo	0,003	-	10
Ni	0,02	-	10
Pb	0,003	0,005	2,5
Sb	0,004	0,004	10
Se	0,2	0,2	10
Sn	0,01		10
Sr	0,03	-	200
Ti	0,01	-	10
Tl	0,003	-	10
U	0,001	0,001	25
V	0,002	-	10
Zn	0,2	-	25

Le domaine d'application peut être étendu au-delà de cette limite supérieure, par dilution de l'échantillon ou en validant l'extrapolation par le dosage de solutions d'extrapolation ou de matériaux de référence certifiés.

2. Principe et théorie

Le dosage est effectué à l'aide d'un spectromètre de masse en tandem à source ionisante au plasma d'argon (ICP-MS-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. Un premier quadropôle permet de sélectionner la masse qui entrera dans la cellule réactionnelle où différents gaz pourront être utilisés pour éliminer les interférences isobariques et polyatomiques. Par la suite, un deuxième quadropôle sélectionnera les masses qui seront acheminées vers le spectromètre de masse de l'instrument.

La concentration d'un élément, à une masse précise, 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 de type polyatomique (formation d'ions moléculaires à partir des éléments contenus dans l'échantillon) et de type isobarique (même masse atomique pour deux éléments différents). Les interférences isobariques peuvent être éliminées par le logiciel de l'appareil à l'aide d'équations de correction ou, à l'instar des interférences polyatomiques, à l'aide de la cellule réactionnelle.

4. Conservation

Toutes les bouteilles utilisées pour le prélèvement et la conservation des échantillons doivent être décontaminées ou vérifiées pour confirmer qu'elles sont exemptes de contamination.

Prélever un échantillon représentatif et le transvider dans une bouteille en polyéthylène de basse densité (LDPE) ou de haute densité (HDPE). Si l'échantillon n'a pas à être filtré, la bouteille doit contenir l'agent de préservation (0,25 ml de HNO₃ de qualité ultra-trace pour 125 ml). Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder six mois.

Si l'échantillon doit être filtré, filtrer environ 20 ml d'échantillon à l'aide d'une seringue munie d'un filtre de 0,45 µm exempt de contamination; le délai de conservation entre le prélèvement et la filtration est de 24 heures. Recueillir le filtrat dans une bouteille de 60 ml. L'échantillon est acidifié avec l'agent de préservation (40 µl de HNO₃ de qualité ultra-trace pour 20 ml). Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder six mois.

Pour le regroupement des métaux du RQEP, prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique. Acidifier l'échantillon à pH < 2 en ajoutant 0,5 ml d'une solution de HNO₃ 50 % (V/V) par 125 ml d'échantillon. Conserver à 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder six mois.

5. Matériel et appareillage

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

- 5.1. Spectromètre d'émission au plasma d'argon couplé à un spectromètre de masse en tandem de marque Agilent, modèle 8900.
- 5.2. Chambre de nébulisation de type Scott en PTFA avec refroidisseur.
- 5.3. Tube connecteur en PTFA
- 5.4. Nébuliseur en quartz.
- 5.5. Échantillonneur de marque Agilent, modèle SPS-4.
- 5.6. Logiciel d'exploitation MassHunter de marque Agilent.
- 5.7. Bloc chauffant.
- 5.8. Tubes de 10 ml en polypropylène (PP) de forme conique avec bouchons en PP.
- 5.9. Seringue en plastique.
- 5.10. Digitubes^{MD} de 50 ml et bouchon.
- 5.11. Cartouche contenant un filtre de polyvinylidifluorure (PVDF) de 25 mm de diamètre et d'une porosité de 0,45 µm pouvant être fixée au bout de la seringue.

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.

À moins d'indication contraire, les solutions peuvent être conservées à la température de la pièce.

- 6.1. Argon, Ar (CAS n° 7440-37-1)
- 6.2. Oxygène 99,999 %, O₂ (CAS n° 7782-44-7)
- 6.3. Mélange 10 % ammoniac/hélium, NH₃/He (CAS n° 1336-21-6)
- 6.4. Hydrogène 5.0, H₂ (CAS n° 1333-74-0)
- 6.5. Hélium 5.0, He (CAS n° 7440-59-7)
- 6.6. Acide nitrique (qualité ACS), HNO₃ (CAS n° 7607-37-2)
- 6.7. Acide nitrique (qualité Aristar ultra^{MD} ou l'équivalent), HNO₃ (CAS n° 7607-37-2)

- 6.8. Acide chlorhydrique (qualité Aristar ultra^{MD} ou l'équivalent), HCl (CAS n° 7697-01-1)
- 6.9. Solution de trempage, HNO₃ 50 % V/V pour décontamination du matériel
- Dans un bac de trempage en polyéthylène contenant six litres d'eau ultrapure, verser six litres de HNO₃ concentré de qualité ACS et bien mélanger.
- 6.10. Solution de trempage HNO₃ 10 % pour décontamination du matériel
- Dans un bac de trempage en polyéthylène contenant 10,8 litres d'eau, verser 1,2 litre de HNO₃ concentré de qualité ACS et bien mélanger.
- 6.11. Solution de rinçage pour les métaux traces, HNO₃, 0,2 % V/V
- Dans une fiole volumétrique de 2000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 4 ml de HNO₃ concentré de qualité Aristar ultra^{MD} et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ **trois** mois.
- 6.12. Solution de rinçage pour les métaux extractibles, HNO₃ 1,0 % V/V et HCl 0,5 % V/V
- Dans une fiole volumétrique de 1000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 10 ml de HNO₃ concentré de qualité Aristar ultra^{MD} et 5 ml de HCl **concentré de qualité Aristar ultra^{MD}** et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ **trois** mois.
- 6.13. Solution pour l'extraction des métaux extractibles, 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 Aristar ultra^{MD} et bien mélanger. Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.
- 6.14. Solution pour l'extraction des métaux extractibles, HCl 50 % V/V
- Dans une bouteille de téflon de 500 ml contenant 250 ml d'eau, ajouter 250 ml de HCl concentré de qualité Aristar ultra^{MD} et bien mélanger. Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.
- 6.15. Solution étalon d'argent de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ag (CAS n° 7440-22-4)
- 6.16. Solution étalon d'aluminium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Al (CAS n° 7429-90-2)
- 6.17. Solution étalon d'aluminium de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Al (CAS n° 7429-90-2)
- 6.18. Solution étalon d'arsenic de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), As (CAS n° 7440-38-2)
- 6.19. Solution étalon de bore de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), B (CAS n° 7440-42-8)
- 6.20. Solution étalon de baryum de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ba (CAS n° 7440-39-3)
- 6.21. Solution étalon de béryllium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Be (CAS n° 7440-41-7)
- 6.22. Solution étalon de cadmium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cd (CAS n° 7440-43-9)

- 6.23. Solution étalon de cobalt de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Co (CAS n° 7440-48-4)
- 6.24. Solution étalon de chrome de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cr (CAS n° 7440-47-3)
- 6.25. Solution étalon de césium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cs (CAS n° 7789-18-6)
- 6.26. Solution étalon de cuivre de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cu (CAS n° 7440-50-8)
- 6.27. Solution étalon de fer de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Fe (CAS n° 7439-89-6)
- 6.28. Solution étalon de fer de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Fe (CAS n° 7439-89-6)
- 6.29. Solution étalon de gallium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ga (CAS n° 7440-55-3)
- 6.30. Solution étalon d'indium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), In (CAS n° 7440-74-6)
- 6.31. Solution étalon de manganèse de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Mn (CAS n° 7439-96-5)
- 6.32. Solution étalon de molybdène de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Mo (CAS n° 7439-98-7)
- 6.33. Solution étalon de nickel de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ni (CAS n° 7440-02-2)
- 6.34. Solution étalon de plomb de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Pb (CAS n° 7439-92-1)
- 6.35. Solution étalon d'antimoine de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sb (CAS n° 7440-36-0)
- 6.36. Solution étalon de sélénium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Se (CAS n° 7782-49-2)
- 6.37. Solution étalon d'étain de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sn (CAS n° 7440-31-5)
- 6.38. Solution étalon de strontium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sr (CAS n° 7440-24-6)
- 6.39. Solution étalon de titane de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ti (CAS n° 16962-40-6)
- 6.40. Solution étalon de thallium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Tl (CAS n° 10102-45-1)
- 6.41. Solution étalon d'uranium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), U (CAS n° 7440-61-1)
- 6.42. Solution étalon de vanadium de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), V (CAS n° 7440-62-2)
- 6.43. Solution étalon de zinc de 1000 mg/l (qualité PlasmaCal), Zn (CAS n° 7440-66-6)
- 6.44. Solutions intermédiaires A

Pour la préparation des solutions intermédiaires A, utiliser des fioles volumétriques dûment décontaminées et introduire les volumes indiqués ci-dessous des solutions étalons. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Ces solutions peuvent être conservées six mois.

Solutions	Volume à ajouter (ml)				Solution combinée 5A
	Solution combinée 1A	Solution combinée 2A	Solution combinée 3A	Solution combinée 4A	
Ag	0,5				
Al 10 000mg/l				0,5	
As		1,0			
B			1,0		
Ba			2,0		
Be	0,5				
Cd	0,5				
Co		1,0			
Cr		1,0			
Cs					0,5
Cu		1,0			
Fe 10 000 mg/l				0,5	
Ga					0,5
In					0,5
Mn			2,0		
Mo		1,0			
Ni		1,0			
Pb	0,5				
Sb		1,0			
Se		1,0			
Sn					0,5
Sr				5,0	
Ti		1,0			
Tl		1,0			
U			1,0		
V		1,0			
Zn			1,0		
HNO ₃	1,0	10,0	5,0	5,0	5,0
Volume final (ml)	500	200	100	100	100

6.45. Solutions intermédiaires B

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

Solutions	Volume à ajouter (ml)				Solution intermédiaire 5B
	Solution intermédiaire 1B	Solution intermédiaire 2B	Solution intermédiaire 3B	Solution intermédiaire 4B	
Solution intermédiaire 1A	5,0				
Solution intermédiaire 2A		4,0			
Solution intermédiaire 3A			5,0		
Solution intermédiaire 4A				2,0	
Solution intermédiaire 5A					2,0
HNO ₃	0,2	0,2	s. o.	0,1	5,0
Volume final (ml)	100	200	100	100	100

6.46. Solutions étalons

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

Solutions	Volume à ajouter (ml)				
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5
Solution intermédiaire 1A			0,5	0,5	1,25
Solution intermédiaire 1B	0,5	2,0			
Solution intermédiaire 2A			0,4	0,5	1,0
Solution intermédiaire 2B	0,5	2,5			
Solution intermédiaire 3A			0,5	0,5	1,25
Solution intermédiaire 3B	0,5	1,0			
Solution intermédiaire 4A			0,4	0,5	2,0

Solutions	Volume à ajouter (ml)				
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5
Solution intermédiaire 4B	0,5	2,5			
Solution intermédiaire 5A			0,4	0,5	1,0
Solution intermédiaire 5B	0,5	2,5			
HNO ₃	1,0	1,0	2,0	1,0	1,0
Volume final (ml)	500	500	1 000	500	500

Concentration des métaux dans les étalons

Métaux	Concentration (µg/l)				
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5
Ag	0,05	0,2	0,5	1,0	2,5
Al	1,0	5	20	50	200
As	0,1	0,5	2,0	5,0	10
B	0,5	1,0	5	10	25
Ba	1,0	2,0	10	20	50
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
Cs	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
Ga	0,1	0,5	2,0	5,0	10
In	0,1	0,5	2,0	5,0	10
Mn	1,0	2,0	10	20	50
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
Sn	0,1	0,5	2,0	5,0	10
Sr	1,0	5,0	20	50	200
Ti	0,1	0,5	2,0	5,0	10
Tl	0,1	0,5	2,0	5,0	10
U	0,5	1,0	5	10	25
V	0,1	0,5	2,0	5,0	10
Zn	0,5	1,0	5	10	25

6.47. Solutions d'extrapolation mère

Pour la préparation des solutions d'extrapolation mère, utiliser des fioles volumétriques en PP dûment décontaminées et introduire les volumes indiqués ci-dessous des solutions étalons. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Ces solutions peuvent être conservées six mois.

Solutions	Volume à ajouter (ml)	
	Solution d'extrapolation mère 1	Solution d'extrapolation mère 2
Ag	0,4	
As	1,0	1,0
Be	0,4	
Cd	0,4	0,5
Cr	1,0	1,0
Cu	1,0	1,0
Ni	1,0	
Pb	0,4	0,5
Se	1,0	1,0
Ti	1,0	1,0
Zn		2,0
HNO ₃	5,0	5,0
Volume final (ml)	100	100

6.48. Solutions d'extrapolation de travail

Pour la préparation des solutions d'extrapolation de travail, utiliser des fioles volumétriques en PP dûment décontaminées et introduire les volumes indiqués ci-dessous des solutions d'extrapolation mère et des solutions étalons. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Ces solutions peuvent être conservées six mois.

Solutions	Volume à ajouter (ml)	
	Solution d'extrapolation de travail 1	Solution d'extrapolation de travail 2
Standard extrapolation mère 1	1,25	
Standard extrapolation mère 2		2,5
Solution intermédiaire 3A	2,5	
Al 1000 mg/l	0,25	0,5
B		0,125
Ba		0,125
Fe 1000 mg/l	0,25	0,5
Mn		0,125
Sr	0,25	0,5
HNO ₃	1,0	1,0
Volume final (ml)	500	500

Concentration des métaux dans les solutions d'extrapolation de travail

Métaux	Concentration (µg/l)	
	Solution d'extrapolation de travail ¹	Solution d'extrapolation de travail 2
Ag	10	-
Al	500	1000
As	25	50
B	50	250
Ba	100	250
Be	10	-
Cd	10	25
Co ¹	-	-
Cr	25	50
Cs ¹	-	-
Cu	25	50
Fe	500	1000
Ga ¹	-	-
In ¹	-	-
Mn	100	250
Mo ¹	-	-
Ni	25	-
Pb	10	25
Sb ¹	-	-
Se	25	50
Sn ¹	-	-
Sr	500	1000
Ti	25	50
Tl ¹	-	-
U	50	-
V ¹	-	-
Zn	50	100

¹ À titre indicatif vs tableau des étalons.

6.49. Solution de scandium certifiée de 1000 mg/l, Sc (CAS n° 7440-20-2)

- 6.50. Solution de germanium certifiée de 1000 mg/l, Ge (CAS n° 7440-56-4)
- 6.51. Solution de rhodium certifiée de 1000 mg/l, Rh (CAS n° 7440-16-6)
- 6.52. Solution de terbium certifiée de 1000 mg/l, Tb (CAS n° 7440-27-9)
- 6.53. Solution de thorium certifiée de 1000 mg/l, Th (CAS n° 7440-29-1)
- 6.54. Solution de lithium 6 certifiée de 1000 mg/l, ⁶Li (CAS n° 7439-93-2)
- 6.55. 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 Aristar ultra^{MD}, puis introduire 0,5 ml de chacune des solutions certifiées de 1000 mg/l suivantes : rhodium, terbium et thorium. Ajouter également 5,0 ml de la solution certifiée de 1000 mg/l de germanium et 1,0 ml de la solution certifiée de 1000 mg/l de scandium. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.

- 6.56. Solution de travail d'étalon interne

Dans une fiole volumétrique de 1000 ml en PP contenant environ 800 ml d'eau, introduire 25 ml de la solution mère d'étalon interne et 0,150 ml de la solution certifiée de 1000 mg/l de lithium 6. Ajouter par la suite 2,0 ml de HNO₃ concentré de qualité Aristar ultra^{MD}. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.

7. Protocole d'analyse

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

7.1 Préparation 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 servant exclusivement à cet effet et un recouvrement de matière plastique sur les chaussures. Les personnes qui effectuent des opérations analytiques dans 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 utilisées pour les manipulations analytiques doivent être en plastique (PP, LDPE ou HDPE). Les procédures de décontamination sont décrites dans l'annexe 1.

7.2 Extraction des métaux

- Dans un Digitubes^{MD} gradué de 50 ml exempt de contamination, mesurer 40 ml d'échantillon.
- Ajouter 640 µl d'acide nitrique 50 % (V/V) et 400 µl d'acide chlorhydrique 50 % (V/V).

- Mettre le bouchon sur le Digitube, fermer et agiter.
- Placer sur le bloc digesteur et chauffer à 95 °C pendant 120 minutes. La sonde de température du bloc chauffant doit être insérée dans un Digitube contenant la solution de rinçage pour les métaux extractibles, HNO₃ 1,0% et HCl 0,5% V/V placé sur le bloc digesteur.
- Retirer du bloc digesteur et laisser refroidir et jauger le tube à 40 ml avec de l'eau ultrapure si nécessaire.
- Agiter et laisser décanter.

7.3 Préparation des échantillons

Transvider une partie aliquote de l'échantillon directement dans un tube de 10 ml en PP pour le dosage et placer sur l'échantillonneur selon la séquence d'analyse.

7.4 Dosage

Le dosage des échantillons et des éléments du contrôle de la qualité est effectué à l'aide d'un spectromètre de masse en tandem couplé à une source d'émission au plasma d'argon. L'étalonnage, de type linéaire, est réalisé à l'aide des solutions étalons lors de chaque séquence d'analyse. L'analyse s'effectue aux masses déterminées en utilisant des gaz pour certains métaux selon les informations suivantes. Le choix des masses et des modes de gaz ainsi que les étalons internes retenus peuvent varier en fonction des échantillons et des séquences d'analyse.

Dosage des métaux traces

	Masse	Mode 1	Mode 2	Mode 3
Be	9	Sans gaz	H ₂	
B	11	Sans gaz	H ₂	
Al	27	Sans gaz	H ₂	O ₂ 27→43
Ti	47	Sans gaz	O ₂ 47→63	
Ti	48	NH ₃ 48 →150		
V	51	Sans gaz	O ₂ 51→67	
Cr	52	O ₂ 52→52		He
Fe	56	H ₂	He	NH ₃ 56 →73
Mn	55	Sans gaz		He
Ni	60	He	H ₂	
Co	59	Sans gaz		He
Cu	63	Sans gaz		He
Cu	65	Sans gaz		
Zn	66	Sans gaz	He	O ₂ 66→66
Ga	71	Sans gaz	H ₂	H ₂ MSMS 71→71
As	75	Sans gaz	O ₂ 75→91	H ₂

	Masse	Mode 1	Mode 2	Mode 3
Se	78	H ₂	O ₂ 78→78	
Se	82		O ₂ 82→82	
Sr	88	Sans gaz		He
Mo	95	Sans gaz	H ₂	
Mo	98	Sans gaz	H ₂	
Ag	107	Sans gaz		O ₂ 107→107
Cd	111	Sans gaz		H ₂ MSMS 111→111
In	115	Sans gaz	H ₂	He
Sn	118	Sans gaz	H ₂	
Sb	121	Sans gaz	H ₂	
Cs	133	Sans gaz	H ₂	He
Ba	137	Sans gaz		
Ba	138	Sans gaz		He
Tl	205	Sans gaz	H ₂ MSMS 205→205	He
Pb	208	Sans gaz	H ₂	He
U	238	Sans gaz	H ₂	He

Dosage des métaux traces extractibles

	Masse	Mode 1	Mode 2	Mode 3
Be	9	Sans gaz	H ₂	
B	11	Sans gaz	H ₂	
Al	27	Sans gaz	H ₂	O ₂ 27→43
Ti	47	Sans gaz MSMS 47→47	O ₂ 47→63	
Ti	48	NH ₃ 48→150		
V	51	He	O ₂ 51→67	
Cr	52	O ₂ 52→52		He
Fe	56	H ₂	He	
Mn	55	Sans gaz	He	
Ni	60	He	H ₂	
Co	59	Sans gaz		He
Cu	63	Sans gaz		He
Cu	65	Sans gaz		

	Masse	Mode 1	Mode 2	Mode 3
Zn	66	Sans gaz	H ₂	He
Ga	71	Sans gaz	H ₂	H ₂ MSMS 71→71
As	75	He	O ₂ 75→91	H ₂
Se	78	H ₂ MSMS 78→78	O ₂ 78→78	
Se	82		O ₂ 82→82	
Sr	88	Sans gaz		He
Mo	95	Sans gaz	H ₂	
Mo	98	Sans gaz	H ₂	
Ag	107	Sans gaz	H ₂ MSMS 107→107	O ₂ 107→107
Cd	111	Sans gaz		H ₂ MSMS 111→111
In	115	Sans gaz	H ₂	He
Sn	118	Sans gaz	H ₂	
Sb	121	Sans gaz	H ₂	O ₂ 121→121
Cs	133	Sans gaz	H ₂	He
Ba	137	Sans gaz	H ₂	
Ba	138	Sans gaz	H ₂	
Tl	205	Sans gaz	H ₂ MSMS 205→205	
Pb	208	Sans gaz	H ₂	He
U	238	Sans gaz	H ₂ MSMS 238→238	He

8. Calcul et expression des résultats

Les résultats sont obtenus directement à l'aide du logiciel; ils sont calculés en microgrammes par litre (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.

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Duplicata et répliqués	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou répliqué) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 10 %.
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

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION and Water Environment Federation. « 3125 Metals by Inductively Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS) Method », *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 23^e édition, 2017.

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, [En ligne], [\[https://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/pala/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf\]](https://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, [En ligne], [\[https://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/pala/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf\]](https://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/pala/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf).

COSSA, D., B. RONDEAU, T. T. PHAM, S. PROULX et B. QUÉMERAS. *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, 1996, 28 p.

Annexe :

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 dans une hotte 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.

1. Procédure pour la matériel neuf

1.1. Le matériel neuf est lavé comme suit :

1. **Laver** avec du savon, laisser tremper environ 24 heures **dans une eau savonneuse** et rincer trois fois à l'eau chaude, trois fois à l'eau déminéralisée et trois fois à l'eau ultrapure.
2. **Tremper** le matériel dans l'acide nitrique HNO_3 50 % (V/V) pendant trois jours et rincer **six fois** à l'eau ultrapure.
3. **Tremper** le matériel dans l'acide nitrique HNO_3 10 % (V/V) **au moins** trois jours et rincer trois fois à l'eau ultrapure. **Tremper** le matériel dans l'eau ultrapure au moins trois jours pour enlever les traces d'acide et rincer trois fois à l'eau ultrapure.

1.2. Entreposage de contenants décontaminés

1. **Les contenants décontaminés sont remplis** d'eau ultrapure légèrement acidifiée (0,1 % V/V d'acide nitrique HNO_3 Aristar Ultra^{MD}) **et entreposés dans deux sacs en polyéthylène.**
2. **Les digitubes décontaminés sont séchés sous la hotte puis entreposés dans deux sacs en polyéthylène.**
3. **Les bouteilles entreposées sont rincées cinq fois à l'eau et séchées dans la hotte avant l'ajout de l'agent de préservation (acide nitrique, HNO_3).**

2. Procédure pour le matériel usagé

1. 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 : Rincer le matériel **au moins trois fois** à l'eau chaude.
2. Tremper dans l'**eau savonneuse au moins** trois jours.
3. Rincer trois fois à l'eau chaude, trois fois à l'eau déminéralisée et trois fois à l'eau ultrapure.

4. Tremper dans l'acide nitrique HNO_3 10 % (V/V) au moins trois jours et rincer trois fois à l'eau ultrapure.
5. Tremper le matériel dans l'eau ultrapure au moins trois jours pour enlever les traces d'acide et rincer trois fois à l'eau ultrapure.



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

Québec 