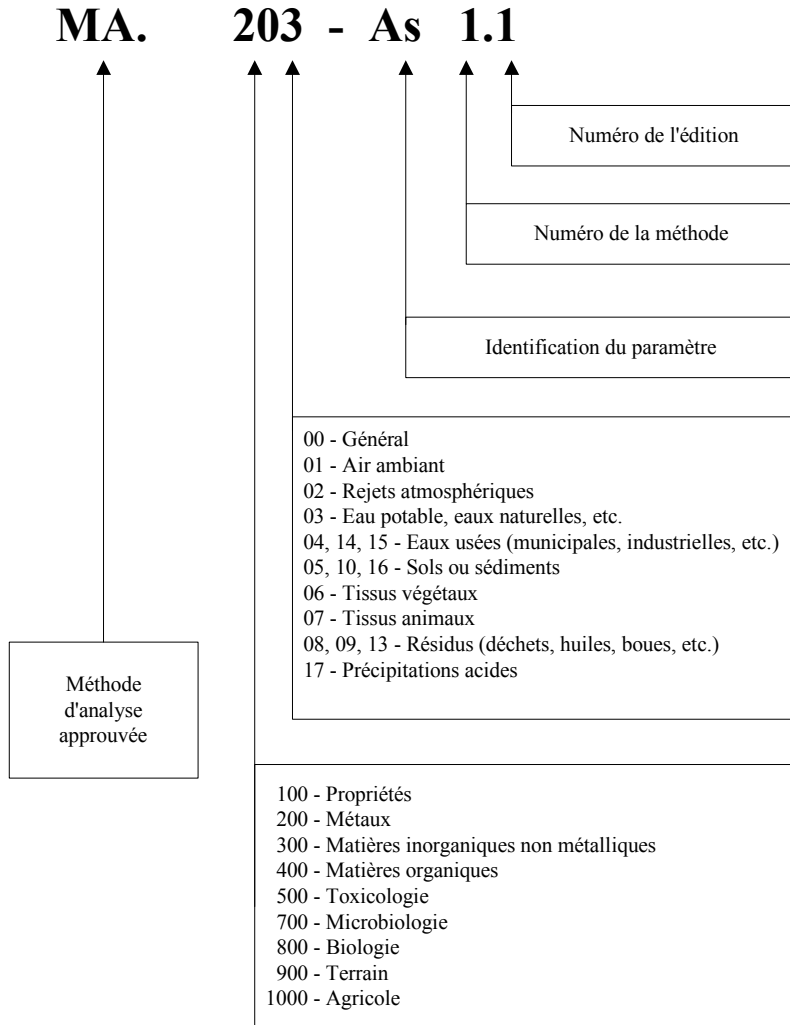


MA. 200 – Mét. 1.1
Édition : 2003-03-03
Révision : 2004-10-26 (2)

Méthode d'analyse

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

Exemple de numérotation :



ÉDITION APPROUVÉE LE : 3 mars 2003

Historique de la méthode

Cette méthode est tirée de différentes méthodes provenant de l'EPA (méthodes 200.8, 3050, 6020) ainsi que de Standard Method for the evaluation of Water and Wastewater.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination des métaux : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon. MA. 200 – Mét 1.1, Ministère de l'Environnement du Québec, 2004, 37 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	9
3. FIABILITÉ	9
3.1. Interférence	9
3.2. Limite de détection	9
3.3. Limite de quantification	9
3.4. Sensibilité	10
3.5. Fidélité	10
3.6. Justesse	10
3.7. Pourcentage de récupération	10
4. CONSERVATION	11
4.1. Eaux souterraines	11
4.2. Eaux de surface, eaux usées et effluents	11
4.3. Solides et frottis	11
4.4. Lixiviation	11
4.5. Huiles	11
4.6. Jauges à poussières	11
4.7. Rejets à l'atmosphère	11
4.8. Filtre de l'air ambiant	12
5. APPAREILLAGE	12
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	12
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	21
7.1. Préparation de l'échantillon	21
7.2. Dosage	27
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	28
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	28
8.1. Eau souterraine, eau de surface, eau usée, effluent, barboteur et lixiviation	28
8.2. Solides, fusions et boues	29
8.3. Huiles	29
8.4. Frottis, jauge et buse-sonde	29
8.5. Filtre de l'air ambiant	30
8.6. Calcul de la dureté	31
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	31
10. BIBLIOGRAPHIE	32
ANNEXE	33

INTRODUCTION

Les principales émissions dans l'environnement de métaux proviennent de l'industrie minière et métallurgique. L'ingestion des métaux par l'homme peut être à l'origine d'empoisonnements aigus ou chroniques. La voie gastro-intestinale, le système nerveux, le système cardio-vasculaire, l'appareil respiratoire et la peau sont les principaux systèmes affectés par l'exposition chronique de certains métaux.

Selon le Règlement sur les matières dangereuses, une matière est considérée comme dangereuse si la concentration de mercure dans le lixiviat d'une matière solide ou dans la matière liquide est supérieure à 0,1 mg/l Hg. Également, les concentrations maximales en arsenic, baryum, bore, cadmium, chrome, plomb, sélénium et uranium dans les matières liquides ou le lixiviat d'une matière solide ne peuvent excéder 5,0, 100, 500, 0,5 5,0, 5,0 1,0 et 2,0 mg/l respectivement.

Selon le Règlement sur les déchets solides, les concentrations maximales en cadmium, chrome, cuivre, fer, mercure, nickel, plomb et zinc dans les eaux de lixiviation ne peuvent excéder 0,1, 0,5, 1, 17, 0,001, 1, 0,1 et 1 mg/l respectivement.

Selon le Règlement sur les fabriques de pâtes et papiers, les concentrations maximales en aluminium, chrome, fer, mercure, plomb et zinc dans les eaux de lixiviation ne peuvent excéder 10, 1, 10, 0,05, 0,3 et 1 mg/l respectivement.

La présence de métaux sur les particules contenues dans l'air peut être reliée à l'industrialisation. Les principales sources de métaux dans l'environnement sont les émissions de l'industrie sidérurgique et des industries connexes, des émissions d'automobiles et des usines produisant de l'énergie à partir de la combustion du charbon. L'ingestion d'une grande quantité des métaux suivants : cadmium, chrome, cobalt, cuivre, fer, magnésium, manganèse, nickel, plomb, vanadium et zinc peut provoquer des troubles du système nerveux, du système respiratoire et du système sanguin et peut même être mortelle pour certains animaux.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des métaux dans les échantillons aqueux, les solides et les huiles. Le domaine d'étalonnage pour chacun des métaux se situe dans les limites qui figurent dans le tableau suivant.

Éléments	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
¹⁰⁷ Ag	0,005	0,5
²⁷ Al	0,05	5
⁷⁵ As	0,005	0,5
¹¹ B	0,05	5
¹³⁷ Ba	0,05	5
⁹ Be	0,005	0,5
⁴⁴ Ca	0,05	5
¹¹¹ Cd	0,005	0,5
⁵⁹ Co	0,005	0,5

Éléments	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
²⁴ Mg	0,05	5
⁵⁵ Mn	0,05	5
⁹⁵ Mo	0,005	0,5
²³ Na	0,05	5
^{60 et 62} Ni	0,05	5
²⁰⁸ Pb	0,05	5
¹²¹ Sb	0,005	0,5
⁸² Se	0,005	0,5
¹¹⁸ Sn	0,005	0,5

Éléments	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
⁵³ Cr	0,05	5
⁶³ Cu	0,05	5
⁵⁷ Fe	0,05	5
³⁹ K	0,05	5

Éléments	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
⁸⁸ Sr	0,05	5
²³⁸ U	0,005	0,5
⁵¹ V	0,05	5
⁶⁶ Zn	0,05	5

Cette méthode s'applique à la détermination du mercure (²⁰²Hg) dans les échantillons aqueux. Le domaine d'étalonnage se situe dans les limites du tableau suivant.

Niveau	Limite inférieure (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)
Bas	0,020	0,100
Haut	0,20	10,0

Cette méthode s'applique à la détermination des métaux complémentaires dans les échantillons aqueux, les solides et les huiles. Le domaine d'étalonnage pour chacun des métaux se situe dans les limites du tableau suivant.

Éléments	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
²⁰⁹ Bi	0,05	5
⁷ Li	0,05	5
²⁹ Si	0,05	5

Éléments	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
¹²⁵ Te	0,05	5
⁴⁷ Ti	0,05	5
²⁰⁵ Tl	0,05	5

Cette méthode s'applique à la détermination des métaux dans les échantillons d'air ambiant. Le domaine d'étalonnage pour chacun des métaux se situe dans les limites du tableau suivant.

Éléments	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
⁷⁵ As	0,005	0,5
⁹ Be	0,005	0,5
⁴⁴ Ca	0,05	5
¹¹¹ Cd	0,005	0,5
⁵³ Cr	0,05	5
⁶³ Cu	0,05	5

Éléments	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
⁵⁷ Fe	0,05	5
²⁴ Mg	0,05	5
⁵⁵ Mn	0,005	0,5
²³ Na	0,05	5
²⁰⁸ Pb	0,05	5
⁶⁶ Zn	0,05	5

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 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 introduits dans la chambre du spectromètre de masse où ils sont dirigés par une série de plaques métalliques chargées, séparés par un quadrupôle, pour être finalement captés par un détecteur.

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

3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

3.1. 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.

Le sodium interfère sur le ^{62}Ni .

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).

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

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

Les limites de détection pour chacun des métaux sont données en annexe.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

Les limites de quantification pour chacun des métaux sont données en annexe.

3.4. SENSIBILITÉ

Élément	Pente
¹⁰⁷ Ag	0,35
²⁷ Al	0,65
⁷⁵ As	0,065
¹¹ B	0,15
¹³⁷ Ba	0,078
⁹ Be	0,20
²⁰⁹ Bi	0,39
⁴⁴ Ca	0,020
¹¹¹ Cd	0,068
⁵⁹ Co	0,72
⁵³ Cr	0,073
⁶³ Cu	0,18
⁵⁷ Fe	0,016
²⁰² Hg	38
²⁰² Hg (méthode trace)	0,0015
³⁹ K	0,81
⁷ Li	1,46
²⁴ Mg	0,50
⁵⁵ Mn	0,83

Élément	Pente
⁹⁵ Mo	0,11
²³ Na	0,79
⁶² Ni	0,023
⁶⁰ Ni	0,15
²⁰⁸ Pb	0,53
¹²¹ Sb	0,20
⁸² Se	0,066
²⁹ Si	0,019
¹¹⁸ Sn	0,21
⁸⁸ Sr	0,72
¹²⁵ Te	0,01
⁴⁷ Ti	0,055
²⁰⁵ Tl	0,39
²³⁸ U	0,46
⁵¹ V	0,78
⁶⁶ Zn	0,10

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Réplicabilité

La répliquabilité pour chacun des métaux est donnée en annexe.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité pour chacun des métaux est donnée en annexe.

3.6. JUSTESSE

L'erreur relative pour chacun des métaux est donnée en annexe.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Le pourcentage de récupération pour chacun des métaux est donné en annexe.

4. CONSERVATION

Conserver l'échantillon dans un contenant de plastique ou de verre exempt de contaminants. Dans le cas des huiles, utiliser un contenant de verre seulement.

4.1. EAUX SOUTERRAINES

La filtration doit se faire le plus rapidement possible sur le terrain. Après la filtration, acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ avec de l'acide nitrique et conserver à environ $4\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le délai de conservation entre la filtration et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours pour le mercure et 6 mois pour les autres métaux.

4.2. EAUX DE SURFACE, EAUX USÉES ET EFFLUENTS

Acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ avec de l'acide nitrique et conserver à environ $4\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours pour le mercure et 6 mois pour les autres métaux.

4.3. SOLIDES ET FROTTIS

Aucun agent de préservation n'est requis et conserver à environ $4\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

4.4. LIXIVIATION

Pour l'application du Règlement sur les matières dangereuses, les renseignements sur les modes de prélèvement de conservation des échantillons sont présentés dans le document DR-09-01, intitulé « Modes de prélèvement et de conservation des échantillons relatifs à l'application du Règlement sur les matières dangereuses ».

4.5. HUILES

Conserver l'échantillon à environ $4\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

4.6. JAUGES À POUSSIÈRES

En été : environ 500 ml d'une solution de NH_4Cl 1 mg/l est ajouté à la jauge.
En hiver : environ 500 ml de méthanol 50 % (V/V) est ajouté à la jauge.

4.7. REJETS À L'ATMOSPHERE

4.7.1. Filtres

Aucun agent de préservation n'est requis. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 1 an. Conserver les filtres au dessiccateur.

4.7.2. Buse et sonde

Aucun agent de préservation n'est requis et conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

4.7.3. Barboteur

Acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ avec de l'acide nitrique et conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours pour le mercure et 6 mois pour les autres métaux.

4.8. FILTRE DE L'AIR AMBIANT

Aucun agent de préservation n'est requis. Le délai de conservation entre le prélèvement du filtre et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

5. APPAREILLAGE

- 5.1. Spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon, muni d'un échantillonneur automatique
- 5.2. Plaque chauffante (solides, frottis, fusion, rejet à l'atmosphère, jauges)
- 5.3. Bloc digesteur (liquides aqueux)
- 5.4. Creusets de platine (fusion)
- 5.5. Poinçon en acier inoxydable de 37 mm de diamètre (filtre de l'air ambiant)
- 5.6. Bain à ultrasons pouvant atteindre 60 °C (filtre de l'air ambiant)

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S., à moins d'indication contraire.

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

À moins d'indications contraires, les solutions préparées peuvent se conserver 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.

Réactifs pour digestion

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2. Acide nitrique, HNO₃ (CAS n° 7697-37-2)

- 6.3. Peroxyde d'hydrogène 30 % (V/V), H₂O₂ (CAS n° 7722-84-1)
- 6.4. Carbonate de sodium, Na₂CO₃ (CAS n° 497-19-8)
- 6.5. Tétraborate de sodium décahydraté, Na₂B₄O₇•10 H₂O (CAS n° 1303-96-4)
- 6.6. Acétone (CAS n° 67-64-1)
- 6.7. Xylène (CAS n° 1330-20-7)
- 6.8. Triton X-100 (CAS n° 09002-93-1)
- 6.9. Solution d'acide nitrique 50 % (V/V)

Dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer 250 ml de HNO₃ (cf. 6.2) dans environ 200 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

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

Dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer 100 ml de HNO₃ (cf. 6.2) dans environ 300 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

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

Dans un contenant de plastique, diluer 10 ml de d'acide nitrique (cf. 6.2) dans 900 ml d'eau. Cette solution est également utilisée pour diluer les échantillons et pour l'entretien des cônes.

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

Dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer 250 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1) dans environ 200 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

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

Dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer 100 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1) dans environ 300 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- 6.14. Solution d'acide nitrique 1 % (V/V) et Triton X-100 0,5 % (V/V)

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer 10 ml d'acide nitrique (cf. 6.2) dans environ 600 ml d'eau. Laisser refroidir, ajouter 5 ml de Triton X-100 (cf. 6.8) et compléter lentement au trait de jauge avec de l'eau.

- 6.15. Fondant pour fusion

Mélanger dans une bouteille 30 g de carbonate de sodium (cf. 6.4) et 20 g de tétraborate de sodium décahydraté (cf. 6.5).

6.16. Solution extractive pour filtre de l'air ambiant

Diluer 130 ml de d'acide nitrique (cf. 6.2) et 372 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1) dans environ 1 400 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

Solutions étalons

NOTE – Les solutions étalons commerciales sont de 1 000 mg/l ou 10 000 mg/l et de qualités spectroscopiques.

6.17. Solution étalon d'antimoine

6.18. Solution étalon d'aluminium

6.19. Solution étalon d'argent

6.20. Solution étalon d'arsenic

6.21. Solution étalon de baryum

6.22. Solution étalon de béryllium

6.23. Solution étalon de bismuth

6.24. Solution étalon de bore

6.25. Solution étalon de cadmium

6.26. Solution étalon de calcium

6.27. Solution étalon de chrome

6.28. Solution étalon de cobalt

6.29. Solution étalon de cuivre

6.30. Solution étalon d'étain

6.31. Solution étalon de fer

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 praséodymium
- 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 en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (*cf.* 6.9), 1 ml d'acide chlorhydrique (*cf.* 6.1), 500 µl des solutions étalons d'arsenic (*cf.* 6.20), d'étain (*cf.* 6.30) et de sélénium (*cf.* 6.43) de 1 000 mg/l et 5 ml de la solution étalon de plomb (*cf.* 6.39) de 1 000 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).

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.8), 500 µl des solutions étalons de béryllium (cf. 6.22), de cadmium (cf. 6.25), de cobalt (cf. 6.28) et d'uranium (cf. 6.50) de 1 000 mg/l et 5 ml des solutions étalons d'aluminium (cf. 6.18), de bore (cf. 6.24), de chrome (cf. 6.27), de cuivre (cf. 6.29), de fer (cf. 6.31), de potassium (cf. 6.40), de magnésium (cf. 6.33), de manganèse (cf. 6.34), de sodium (cf. 6.45), de nickel (cf. 6.37), de strontium (cf. 6.46), de vanadium (cf. 6.51) et de zinc (cf. 6.53) 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 de Ag, Mo et Sb dans un milieu d'acide nitrique 2 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.8), 5 ml des solutions étalons de baryum (cf. 6.21), de calcium (cf. 6.26) de 1 000 mg/l et 500 µl des solutions étalons d'argent (cf. 6.19), de molybdène (cf. 6.36) et d'antimoine (cf. 6.17) de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

- 6.57. 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 50 % (V/V) à utiliser.

Solution étalon	Élément	Conc. Finale (mg/l)	Volume solution mère 1 (cf. 6.54) (ml)	Volume solution mère 2 (cf. 6.55) (ml)	Volume solution mère 3 (cf. 6.56) (ml)	Volume HNO ₃ 50 % (V/V) (cf.6.9) (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	2	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	2	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	2	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	2	100
5	Ba, Ca Ag, Mo, Sb	0,05 0,005	0	0	0,1	2	100
6	Ba, Ca Ag, Mo, Sb	0,5 0,05	0	0	1	2	100
7	Ba, Ca Ag, Mo, Sb	2 0,2	0	0	4	2	100
8	Ba, Ca Ag, Mo, Sb	5 0,5	0	0	10	2	100
9	Tous les métaux	0	0	0	0	2	100

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

Ces solutions se conservent 1 mois.

6.58. Solution mère pour les métaux de l'air

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 5 mg/l en As, Be, Cd et Mn et de 50 mg/l en Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Na, Pb et Zn dans un milieu d'acide nitrique 2 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf.6.9), 500 µl des solutions étalons de calcium (cf. 6.26), de fer (cf. 6.31), de sodium (cf. 6.45), de chrome (cf. 6.27), de cuivre (cf. 6.29), de magnésium (cf. 6.33), de plomb (cf. 6.39) et de zinc (cf. 6.53) de 10 000 mg/l et 500 µl des solutions d'arsenic (cf. 6.20), de béryllium (cf. 6.22), de cadmium (cf. 6.25) et de manganèse (cf. 6.34) de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.59. Solutions étalons pour les métaux de l'air

Le tableau suivant donne les concentrations à obtenir pour chaque métal ainsi qu'un exemple des volumes de solutions mères pour les métaux de l'air et d'acide nitrique 50 % (V/V) à utiliser.

Solution étalon	Élément	Conc. finale (mg/l)	Volume solution mère pour métaux de l'air (cf. 6.58) (ml)	Volume HNO ₃ 50 % (V/V) (cf. 6.9) (ml)	Volume final (ml)
0	Tous les métaux	0	0	1	50
1	Cr, Cu, Fe, Mg, Na, Ni, Pb, Zn As, Be, Cd, Mn	0,05 0,005	0,05	1	50
2	Cr, Cu, Fe, Mg, Na, Ni, Pb, Zn As, Be, Cd, Mn	0,5 0,05	0,5	1	50
3	Cr, Cu, Fe, Mg, Na, Ni, Pb, Zn As, Be, Cd, Mn	2 0,2	2	1	50
4	Cr, Cu, Fe, Mg, Na, Ni, Pb, Zn As, Be, Cd, Mn	5 0,5	5	1	50

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

Ces solutions se conservent 1 mois.

6.60. Solution mère de mercure 100 µg/l

Dans un ballon jaugé de 500 ml, ajouter un peu d'eau, 5 ml d'acide nitrique (cf. 6.2) et 50,0 µl de la solution étalon de mercure de 1 000 mg/l (cf. 6.35). Compléter avec de l'eau au trait de jauge.

Cette solution se conserve 48 heures.

6.61. Solution intermédiaire de mercure 1,0 µg/l (bas niveaux)

Préparer une dilution par 100 en milieu d'acide nitrique 1 % (V/V) (cf. 6.11) de la solution mère de mercure de 100 µg/l (cf. 6.60).

Cette solution se conserve 48 heures.

6.62. 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 bas niveaux.

Haut niveau

Solution étalon	Préparation à partir de la solution de concentration ($\mu\text{g/l}$)	Facteur de dilution	Concentration finale ($\mu\text{g/l}$)
1	100 (cf. 6.60)	10	10,0
2	100 (cf. 6.60)	50	2,0
3	10,0 (cf. 6.62)	50	0,2
4	0	Aucune dilution	0

Ces solutions doivent être préparées immédiatement avant leur utilisation.

Bas niveau

Solution étalon	Préparation à partir de la solution de concentration ($\mu\text{g/l}$)	Facteur de dilution	Concentration finale ($\mu\text{g/l}$)
1	1,0 (cf. 6.61)	10	0,10
2	1,0 (cf. 6.61)	20	0,05
3	1,0 (cf. 6.61)	50	0,02
4	0	Aucune dilution	0

NOTE – La préparation des solutions étalons se fait en utilisant de l'acide nitrique 1 % (V/V) (cf. 6.11) comme diluant.

Ces solutions doivent être préparées immédiatement avant leur utilisation.

6.63. Solution mère métaux complémentaires Bi, Li, Si, Te, Ti et Tl de 50 mg/l

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 50 mg/l en Bi, Li, Si, Te, Ti et Tl dans un milieu d'acide nitrique 2 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.9) et 5 ml des solutions étalons de bismuth (cf. 6.23), de lithium (cf. 6.32), de silicium (cf. 6.44), de tellure (cf. 6.47), de titane (cf. 6.49) et de thallium (cf. 6.48) de 1 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.64. Solutions étalons de métaux complémentaires

Les tableaux suivants donnent les concentrations à obtenir ainsi qu'un exemple des dilutions requises pour préparer les solutions étalons de métaux complémentaires.

Solution étalon	Volume de solution mère métaux complémentaires (cf. 0) (ml)	Volume final (ml)	Volume de HNO ₃ 50 % (V/V) (cf. 6.9) (ml)	Concentration finale (mg/l)
1	0	50	1	0
2	0,05	50	1	0,05
3	0,5	50	1	0,5
4	2	50	1	2
5	5	50	1	5

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

Ces solutions se conservent 1 mois.

Réactifs pour l'instrument

6.65. Solution de standards internes de 1 mg/l en Sc, Y et Pr dans HNO₃ 1 % (V/V)

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 1 ml des solutions étalons de scandium (cf. 6.42), d'yttrium (cf. 6.52) et de praséodymium (cf. 6.41) de 1 000 mg/l, et 10 ml de HNO₃ (cf. 6.2). Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.66. Solution de calibration

Préparer la solution de calibration de l'instrument de façon à obtenir une concentration finale d'environ 100 µg/l dans un milieu acide nitrique 1 % (V/V) des métaux suivants : Ag, Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sb, Se, Si, Sn, Te, Ti, Tl, U, V et Zn (cf. 6.19 à 6.53).

Cette solution se conserve 1 an.

6.67. Solution d'or de 10 mg/l

Préparer 5 ml d'une dilution par 100 en milieu acide nitrique 1 % (V/V) (cf. 6.11) d'une solution d'or de 1 000 mg/l (cf. 6.38).

Cette solution se conserve 48 heures.

6.68. Solution d'or de 1 mg/l

Préparer 5 ml d'une dilution par 10 en milieu acide nitrique 1 % (V/V) (cf. 6.11) d'une solution d'or de 10 mg/l (cf. 6.67).

Cette solution se conserve 48 heures.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-chimie », DR-12-SCA-01, sont suivies afin de 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

NOTE – La préparation doit se faire sous une hotte.

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

7.1.1. Eaux souterraine (métaux dissous)

- L'échantillon est filtré sur une membrane de 0,45 µm. Acidifier au besoin avec de l'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.9) pour obtenir un échantillon à pH < 2.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.2. Eaux de surface

- L'échantillon acidifié est filtré sur une membrane de 0,45 µm. Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.3. Eaux usées et effluents

NOTE – La détermination de l'argent se fait selon la procédure décrite à la section 7.1.8.1.

Pour les autres métaux, procéder comme suit :

- Introduire 40 ml d'échantillon dans un tube de 50 ml.
- Ajouter 0,8 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (cf. 6.13) et 0,8 ml d'acide nitrique 20 % (V/V) (cf. 6.10).
- Fermer le tube et faire chauffer dans le bloc digesteur à 95 °C pendant 2 heures.

- Laisser refroidir.

7.1.4. Solides autres que les boues

- Pour les échantillons de sols à analyser, tamiser, si nécessaire, l'échantillon avec un tamis de 2 mm.

NOTE – La détermination de l'argent se fait selon la procédure décrite à la section 7.1.8.2.

Pour les autres métaux, procéder comme suit :

- Dans un becher, peser environ 1,00 g exactement de solide préalablement séché à 105 °C.
- Ajouter 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.9) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (cf. 6.13).
- Couvrir le becher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux pendant 30 minutes sans agiter. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le becher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.5. Lixiviation

- L'échantillon est lixivié selon la procédure en vigueur lors du prélèvement.

7.1.6. Huiles

NOTE – En cas de doute sur la nature de l'échantillon, procéder à un test de miscibilité avec du xylène. Si l'échantillon est immiscible, utiliser la digestion décrite au point 7.1.3.

- Peser environ 2,00 g exactement d'échantillon dans une fiole jaugée de 10 ml.
- Compléter avec du xylène (cf. 6.7).
- Dans un tube jetable de 50 ml, introduire 0,40 ml de la solution échantillon-xylène dans 40 ml d'une solution d'acide nitrique 1 % (V/V) et Triton X-100 0,5 % (V/V) (cf. 6.14).

NOTE – Dans le cas du témoin, utiliser 0,4 ml de xylène.

- Fermer le tube, inverser quelques fois et le placer dans un bain à ultrasons pendant 5 minutes.
- Si le dosage n'est pas fait le même jour que la digestion, inverser quelque fois le tube et le replacer dans le bain à ultrasons pendant 5 minutes le jour du dosage.

7.1.7. Boue

- Dans un becher, peser environ 0,5 g exactement d'échantillon préalablement séché à 105 °C. Ajouter 10 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.9) (V/V), mélanger et couvrir d'un verre de montre.
- Chauffer à reflux pendant 10 à 15 minutes, sans ébullition. Laisser refroidir, ajouter 5 ml d'acide nitrique (cf. 6.2), couvrir d'un verre de montre et chauffer à reflux pendant 30 minutes.
- Laisser refroidir, ajouter 5 ml d'acide nitrique (cf. 6.2), 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 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) (cf. 6.3). Placer le becher 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 le chauffage jusqu'à ce que l'effervescence diminue.
- Continuer l'ajout de peroxyde d'hydrogène 30 % (V/V) (cf. 6.3) par portion de 1 ml jusqu'à un volume de 10 ml .
- Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (cf. 6.1) et 10 ml d'eau. Couvrir le becher d'un verre de montre et chauffer à reflux pendant 15 minutes sans ébullition.
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le becher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.8. Digestion pour l'argent

7.1.8.1 Liquide

- Dans un becher, introduire 5 ml d'échantillon et 45 ml d'eau.
- Ajouter 2 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (*cf.* 6.9) et 10 ml d'acide chlorhydrique 50 % (V/V) (*cf.* 6.12).
- Chauffer sur une plaque chauffante pour diminuer le volume de moitié. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 50 ml. Rincer le becher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.8.2 Solide

- Dans un becher, peser environ 1,00 g exactement d'échantillon préalablement séché à 105 °C.
- Ajouter 20 ml d'eau, 0,5 ml d'acide nitrique (*cf.* 6.2) et 5 ml d'acide chlorhydrique (*cf.* 6.1).
- Couvrir le becher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux sur une plaque chauffante pendant 1 heure. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir et rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le becher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.9. Frottis

- Découper le tampon en morceaux ou en lanières et les déposer dans un becher.
- Ajouter de l'eau pour couvrir le tampon et ajouter 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (*cf.* 6.9) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (*cf.* 6.13).

- Couvrir le becher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux pendant 30 minutes sans agiter. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le becher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.10. Fusion

- Faire sécher à 105 °C une partie de l'échantillon et le réduire en fine poudre avec un mortier et un pilon.
- Peser environ 0,100 g exactement d'échantillon dans un creuset de platine.
- Ajouter 1,0 g de fondant pour fusion (*cf.* 6.15). Le rapport entre la quantité d'échantillon et de fondant doit être de 1 : 10. Agiter le creuset pour homogénéiser les solides.
- Mettre le couvercle sur le creuset.
- Chauffer avec un brûleur à gaz à 1 000 °C (la couleur du creuset doit être rouge cerise) pendant 10 minutes.
- Refroidir le creuset et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique 50 % (V/V) (*cf.* 6.12). Attendre que l'effervescence diminue presque complètement et ajouter 5 ml d'eau. Bien replacer le couvercle.
- Placer sur une plaque chauffante et chauffer à reflux jusqu'à dissolution complète. Refroidir brièvement le creuset. Récupérer dans une fiole jaugée de 50 ml avec de l'eau et rincer les parois de la fiole. S'il y a un précipité, recommencer la fusion avec une nouvelle portion d'échantillon.
- Dans le creuset, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique 50 % (V/V) (*cf.* 6.12) et répéter l'étape de reflux. Refroidir le creuset. Récupérer dans la fiole jaugée de 50 ml.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique 50 % (V/V) (*cf.* 6.12) dans le creuset et chauffer à reflux pendant quelques minutes pour nettoyer le creuset. Jeter cette solution et rincer le creuset avec de l'eau.

7.1.11. Jauges à poussières

- S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complète et que toutes les mesures de poids sont enregistrées.
- Utiliser le becher contenant les particules sèches.
- Ajouter 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.9) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (cf. 6.13).
- Couvrir le becher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux pendant 30 minutes sans agiter. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le becher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.12. Rejet à l'atmosphère

7.1.12.1 Filtre

- S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complète et que toutes les mesures de poids sont enregistrées.
- Découper le filtre en lanières et les déposer dans un becher.
- Ajouter 4 ml d'acide nitrique 50 % (V/V) (cf. 6.9) et 10 ml d'acide chlorhydrique 20 % (V/V) (cf. 6.13).
- Couvrir le becher avec un verre de montre et laisser chauffer à reflux pendant 30 minutes sans agiter. **Ne pas faire bouillir vigoureusement!**
- Laisser refroidir, rincer le verre de montre avec de l'eau.
- Filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer le becher et le filtre avec de l'eau et recueillir dans le ballon.
- Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- Transférer dans une bouteille de plastique.

7.1.12.2 Buse et sonde

Procéder comme au paragraphe 7.1.11.

7.1.12.3 Barboteur

Procéder comme au paragraphe 7.1.3.

7.1.13. Filtre de l'air ambiant

- S'assurer que l'étape de la détermination du poids de particules est complète 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 de polyéthylène de 125 ml, ajouter 15 ml de la solution extractive (cf. 6.16) et refermer le couvercle.
- Préchauffer le bain à ultrasons à 60 °C en mettant en marche l'élément chauffant externe de même que celui incorporé au bain.
- Placer les contenants dans le bain en s'assurant que le niveau du bain soit supérieur à celui du liquide contenu dans les contenants de polyéthylène.
- Extraire les échantillons pendant une heure.
- Retirer les contenants du bain, laisser refroidir et ajouter 85 ml d'eau. Agiter et laisser reposer pendant 30 minutes.
- Agiter et filtrer à travers un papier filtre Whatman # 41 ou l'équivalent.

7.2. DOSAGE

- L'échantillon est analysé par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon.
- Plonger la sonde de l'échantillonneur automatique dans l'eau distillée pendant quelques minutes avant de débiter le dosage.
- Pour les échantillons de liquides aqueux, de solides, de lixiviation, de jauges, de rejets à l'atmosphère et de boues, diluer par un facteur de 10 avec une solution de HNO₃ 1 % (V/V) (cf. 6.11) avant de les doser. Pour les fusions, diluer par un facteur de 20 avec une solution de HNO₃ 1 % (V/V) (cf. 6.11) avant de les doser. Les digestions d'huile ne sont pas diluées.
- Le résultat du ⁶⁰Ni est utilisé lorsque le résultat du ⁶²Ni est supérieur à celui du ⁶⁰Ni. Ce résultat n'est pas influencé par les concentrations élevées en sodium.

Pour le mercure :

- Mercure à haut niveau : Ajouter aux étalons et aux échantillons 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 (cf. 6.67) à un volume de 5 ml de solution.
- Mercure à bas niveau : Ajouter aux étalons et aux échantillons une solution d'or pour obtenir une concentration approximative de 10 µg/l d'or. Par exemple, ajouter 50 µl d'une solution de 1 mg/l d'or (cf. 6.68) à un volume de 5 ml de solution.
- Pour l'analyse du mercure à bas niveau, ne pas aspirer la solution de mercure de 100 µg/l (cf. 6.60) pour ajuster le « P/A Factor ». Également, les comptes de l'eau distillée sur la masse 202 doivent être inférieurs à 15 avant de commencer les analyses.

Pour l'argent :

- 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.

Pour les métaux traces :

- Diluer tous les étalons (cf. 6.57) par un facteur 10 et passer les échantillons sans dilution.

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 résultats d'analyse sont obtenus et traités par un système informatisé de traitement de données.

8.1. EAU SOUTERRAINE, EAU DE SURFACE, EAU USÉE, EFFLUENT, BARBOTEUR ET LIXIVIATION

Les résultats de chacun des métaux exprimés en mg/l sont déterminés comme suit :

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

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. SOLIDES, FUSIONS ET BOUES

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

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

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);
- F : facteur de dilution, si nécessaire;
- C : poids d'échantillon utilisé exprimé sur base sèche (g).

8.3. HUILES

Les résultats de chacun des métaux sont exprimés en mg/l ou en mg/kg selon la demande du client comme suit :

Pour les résultats exprimés en mg/l :

$$C = \frac{(A - T) \times B \times F \times D \times 25}{E}$$

Pour les résultats exprimés en mg/kg :

$$C = \frac{(A - T) \times B \times F \times 25}{E}$$

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

8.4. FROTTIS, JAUGE ET BUSE-SONDE

Les résultats de chacun des métaux exprimés en mg sont déterminés comme suit :

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

où

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

8.5. FILTRE DE L' AIR AMBIANT

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

Le volume d'air échantillonné en m^3 est obtenu selon l'équation suivante :

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

où

- V : Volume échantillonné (m^3);
- D : débit d'air lors de l'échantillonnage (pi^3/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 pi^3 et m^3 .

8.6. CALCUL DE LA DURETÉ

Les résultats de la dureté sont calculés par la relation suivante :

$$C = ((A - T) \times 5,56) + ((B - T) \times 2,5) + ((D - T) \times 1,79) + ((E - T) \times 4,12) + ((F - T) \times 1,82) + ((G - T) \times 1,14) + ((H - T) \times 1,53)$$

où

- C : concentration de la dureté dans l'échantillon (mg/l CaCO₃);
- A : concentration en aluminium dans l'échantillon (mg/l);
- B : concentration en calcium dans l'échantillon (mg/l);
- D : concentration en fer dans l'échantillon (mg/l);
- E : concentration en magnésium dans l'échantillon (mg/l);
- F : concentration en manganèse dans l'échantillon (mg/l);
- G : concentration en strontium dans l'échantillon (mg/l);
- H : concentration en zinc dans l'échantillon (mg/l);
- T : Concentration du métal approprié dans le témoin (mg/l).

Note – Habituellement, les constituants majeurs de la dureté sont le calcium et le magnésium, donc ces deux termes sont essentiels. Pour les autres éléments, leurs composantes sont habituellement mineures.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Pour les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères sont définis par le responsable désigné.

Les résultats des duplicata et des replica des échantillons aqueux ne doivent pas varier de plus de 2 fois la limite de quantification si la concentration est inférieure à 10 fois la limite de quantification et de 20 % (V/V) si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification. Pour les autres matrices, les duplicata et les replica ne doivent pas différer de plus de 3 fois la limite de quantification si la concentration est inférieure à 10 fois la limite de quantification et de 30 % (V/V) si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 70 % et 130 %..

Le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à la valeur obtenue historiquement.

Les résultats des étalons de vérification ne doivent pas varier de plus de 15 %.

10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Edition, 1998.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie, DR-12-SCA-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

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, Ministère de l'Environnement du Québec, DR-09-01, Édition courante.

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 du Québec, Édition courante.

EPA, Test Method for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Method 200.8.

EPA, Test Method for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Method 3050.

EPA, Test Method for Evaluating Solid Waste, Physical/chemical Methods, Method 6020 CLP-M, version 9.

HEWLETT PACKARD, Determination of Mercury in Drinking Water Samples by ICP-MS Using EPA Method 200.8, par Elzbieta (Ela) Barowska, December 1997.

HEWLETT PACKARD, HP 4500 Chem Station, Operator's Manual, Revision 3.2, 1996.

HEWLETT PACKARD, HP 4500 Application Handbook, Revision 1.1, 1996.

HEWLETT PACKARD, Standard Operating Procedure - EPA Method 200.8, Revision 1.5, 1997.

ONTARIO MINISTRY OF ENVIRONNEMENT, Handbook of Analytical Methods for Environmental Samples, Vol. 1 and 2, 1983.

ANNEXE

Eaux usées ou effluents (avec digestion)

Éléments	Limite de détection (mg/l)	Limite de quantification (mg/l)	Réplicabilité (mg/l)	Répétabilité (mg/l)	Erreur relative (%)	Récupération (%)
¹⁰⁷ Ag	0,0002	0,0005	0,00157 ± 0,00005	3,34 ± 0,26	1,8	86
²⁷ Al	0,008	0,028	0,062 ± 0,003	0,64 ± 0,03	6,5	87
⁷⁵ As	0,0011	0,0037	0,0048 ± 0,0004	0,24 ± 0,02	3,5	113
¹³⁷ Ba	0,0007	0,0024	0,0034 ± 0,0002	2,40 ± 0,08	0,1	111
⁹ Be	0,0003	0,0008	0,0020 ± 0,0001	2,1 ± 0,2	1,7	102
¹¹ B	0,08	0,25	0,22 ± 0,03	3,8 ± 0,4	1,2	99
⁴⁴ Ca	0,20	0,68	1,17 ± 0,07	3,3 ± 0,2	1,0	106
¹¹¹ Cd	0,0005	0,0017	0,0037 ± 0,0002	0,237 ± 0,008	3,2	99
⁵⁹ Co	0,0007	0,0024	0,0049 ± 0,0002	2,0 ± 0,1	3,3	101
⁵³ Cr	0,003	0,010	0,013 ± 0,001	8,9 ± 0,5	1,8	103
⁶³ Cu	0,006	0,021	0,031 ± 0,002	3,3 ± 0,2	0,8	103
⁵⁷ Fe	0,06	0,22	0,45 ± 0,02	7,6 ± 0,3	8,7	107
³⁹ K	0,25	0,82	2,12 ± 0,08	32 ± 2	3,9	94
²⁴ Mg	0,16	0,52	0,76 ± 0,05	12,1 ± 0,7	1,2	127
⁹⁵ Mo	0,0018	0,0060	0,0042 ± 0,0006	0,089 ± 0,002	1,2	94
⁵⁵ Mn	0,0015	0,0050	0,0068 ± 0,0005	4,8 ± 0,4	7,0	101
²³ Na	0,25	0,83	1,07 ± 0,08	38 ± 2	0,6	92
⁶² Ni	0,0022	0,0072	0,0097 ± 0,0007	2,8 ± 0,2	1,1	100
²⁰⁸ Pb	0,0013	0,0042	0,0103 ± 0,0004	0,24 ± 0,02	0,7	101
¹²¹ Sb	0,0013	0,0042	0,0044 ± 0,0007	0,050 ± 0,007	3,0	50
⁸² Se	0,005	0,015	0,036 ± 0,002	0,094 ± 0,007	4,6	98
¹¹⁸ Sn	0,019	0,064	0,031 ± 0,006	7,6 ± 0,8	1,9	72
⁸⁸ Sr	0,0007	0,0023	0,0101 ± 0,0002	2,9 ± 0,2	3,9	103
²³⁸ U	0,0001	0,0003	0,00042 ± 0,00003	0,88 ± 0,06	3,1	97
⁵¹ V	0,004	0,013	0,019 ± 0,001	7,0 ± 0,4	6,3	102
⁶⁶ Zn	0,007	0,024	0,092 ± 0,002	9,3 ± 0,8	3,6	104

10.1.1. Mercury

Niveau	Limite de détection (µg/l)	Limite de quantification (µg/l)	Réplicabilité (µg/l)	Répétabilité (µg/l)	Erreur relative (%)	Récupération (%)
Bas	0,002	0,007	0,0145 ± 0,0066	0,030 ± 0,05	7,3	85
Haut	0,17	0,57	1,11 ± 0,06	80 ± 5	7,3	88

Eaux souterraines ou de surface (sans digestion)

Éléments	Limite de détection (mg/l)	Limite de quantification (mg/l)	Réplicabilité (mg/l)	Répétabilité (mg/l)	Erreur relative (%)	Récupération (%)
¹⁰⁷ Ag	0,0008	0,00027	0,00039 ± 0,00003	0,068 ± 0,007	3,0	67
²⁷ Al	0,004	0,012	0,020 ± 0,001	0,60 ± 0,04	0,8	103
⁷⁵ As	0,0001	0,0003	0,00047 ± 0,00003	0,088 ± 0,004	2,6	102
¹³⁷ Ba	0,001	0,003	0,0351 ± 0,0003	0,257 ± 0,007	1,1	103
⁹ Be	0,0002	0,0005	0,0008 ± 0,0001	0,070 ± 0,008	0,1	103
¹¹ B	0,019	0,065	0,097 ± 0,007	0,67 ± 0,09	4,6	125
⁴⁴ Ca	0,06	0,19	0,24 ± 0,02	10,2 ± 0,3	2,0	92
¹¹¹ Cd	0,0001	0,0004	0,0010 ± 0,0001	0,222 ± 0,009	0,9	96
⁵⁹ Co	0,0006	0,0020	0,0048 ± 0,0002	0,178 ± 0,007	1,0	94
⁵³ Cr	0,0007	0,0023	0,0044 ± 0,0002	2,6 ± 0,1	4,0	99
⁶³ Cu	0,0012	0,0039	0,0090 ± 0,0004	3,1 ± 0,2	0,0	97
⁵⁷ Fe	0,010	0,035	0,084 ± 0,004	7,2 ± 0,4	1,8	122
³⁹ K	0,09	0,30	0,53 ± 0,03	9,3 ± 0,3	7,2	143
²⁴ Mg	0,004	0,012	0,023 ± 0,001	2,8 ± 0,2	3,0	93
⁵⁵ Mn	0,0003	0,0011	0,0011 ± 0,0001	0,20 ± 0,01	4,0	106
⁹⁵ Mo	0,0078	0,026	0,099 ± 0,003	0,089 ± 0,004	1,4	106
²³ Na	0,05	0,15	0,30 ± 0,01	18 ± 2	1,9	98
⁶² Ni	0,0005	0,0018	0,0050 ± 0,0002	6,6 ± 0,5	3,2	97
²⁰⁸ Pb	0,0011	0,0038	0,0200 ± 0,0004	0,25 ± 0,01	2,1	99
¹²¹ Sb	0,0002	0,0006	0,0011 ± 0,0001	0,63 ± 0,08	10,3	86
⁸² Se	0,0006	0,0019	0,0043 ± 0,0002	0,011 ± 0,001	3,4	104
¹¹⁸ Sn	0,011	0,037	0,158 ± 0,004	1,03 ± 0,08	3,0	92
⁸⁸ Sr	0,0001	0,0004	0,0002 ± 0,0001	0,107 ± 0,004	2,7	103
²³⁸ U	0,00006	0,00019	0,00023 ± 0,00002	0,92 ± 0,07	2,6	95
⁵¹ V	0,0005	0,0017	0,0030 ± 0,0002	0,15 ± 0,01	3,4	101
⁶⁶ Zn	0,006	0,021	0,049 ± 0,002	0,89 ± 0,06	1,1	96

10.1.2. Mercur

Niveau	Limite de détection (µg/l)	Limite de quantification (µg/l)	Réplicabilité (µg/l)	Répétabilité (µg/l)	Erreur relative (%)	Récupération (%)
Bas	0,002	0,007	0,0145 ± 0,0066	0,030 ± 0,05	7,3	85
Haut	0,17	0,57	1,11 ± 0,06	80 ± 5	7,3	88

Solides autres que les boues

Éléments	Limite de détection (mg/kg)	Limite de quantification (mg/kg)	Réplicabilité (mg/kg)	Répétabilité (mg/kg)	Erreur relative (%)	Récupération (%)
¹⁰⁷ Ag	0,4	1,3	57 ± 4	52 ± 4	5,2	82
²⁷ Al	12	42	28 ± 4	8 540 ± 700	0,9	118
⁷⁵ As	0,27	0,91	1,78 ± 0,09	17 ± 2	1,1	84
¹³⁷ Ba	5	16	3,8 ± 0,1	107 ± 5	2,9	83
⁹ Be	0,4	1,2	9,6 ± 0,1	110 ± 7	8,2	73
¹¹ B	1,6	5,2	9,2 ± 0,5	58 ± 8	17,1	80
²⁰⁹ Bi	1,9	6,3	14,4 ± 0,6	ND	ND	ND
⁴⁴ Ca	17	56	97 ± 6	1 590 ± 90	1,8	113
¹¹¹ Cd	0,22	0,73	1,73 ± 0,07	30 ± 3	17,1	85
⁵⁹ Co	1,9	6,5	8,1 ± 0,6	31 ± 2	2,7	77
⁵³ Cr	3	11	26 ± 1	51 ± 4	1,6	93
⁶³ Cu	2,1	6,9	8,7 ± 0,7	670 ± 50	0,5	99
⁵⁷ Fe	18	60	58 ± 6	30 000 ± 3 000	7,3	112
³⁹ K	15	49	31 ± 5	1 500 ± 100	8,5	107
⁷ Li	3	10	14 ± 1	ND	ND	ND
²⁴ Mg	3	11	18 ± 5	1 400 ± 90	7,3	107
⁵⁵ Mn	1,1	3,5	10,3 ± 0,4	300 ± 15	0,7	83
⁹⁵ Mo	1,4	4,7	4,9 ± 0,5	71 ± 4	1,6	80
²³ Na	11	38	28 ± 4	190 ± 18	4,6	100
⁶² Ni	0,6	2,1	3,5 ± 0,2	240 ± 20	5,2	94
²⁰⁸ Pb	1,2	4,0	6,3 ± 0,4	230 ± 20	0,8	94
¹²¹ Sb	0,08	0,25	0,68 ± 0,03	122 ± 11	7,0	74
⁸² Se	0,5	1,7	4,0 ± 0,2	64 ± 3	10,1	75
²⁹ Si	46	150	90 ± 15	ND	ND	ND
¹¹⁸ Sn	0,8	2,6	8,2 ± 0,3	63 ± 2	11,5	71
⁸⁸ Sr	3	11	23 ± 1	180 ± 9	5,5	86
¹²⁵ Te	2,6	8,7	14,1 ± 0,9	ND	ND	ND
⁴⁷ Ti	2,5	8,4	15,0 ± 0,8	ND	ND	ND
²³⁸ U	0,9	2,9	4,4 ± 0,3	19 ± 2	7,1	94
⁵¹ V	1,5	5,1	12,1 ± 0,5	98 ± 8	0,2	91
⁶⁶ Zn	2,5	8,3	16,3 ± 0,8	7 000 ± 600	1,4	80

ND : Donnée non disponible dans cette révision.

Lixiviation

Éléments	Limite de détection (mg/l)	Limite de quantification (mg/l)	Réplicabilité (mg/l)	Répétabilité (mg/l)	Erreur relative (%)	Récupération (%)
⁷⁵ As	0,022	0,074	0,257 ± 0,007	0,37 ± 0,04	5,2	93
¹¹ B	0,04	0,13	0,58 ± 0,01	0,30 ± 0,03	1,7	106
¹³⁷ Ba	0,59	1,95	9,2 ± 0,2	0,97 ± 0,06	- 7,5	104
¹¹¹ Cd	0,029	0,10	0,88 ± 0,01	0,82 ± 0,04	- 2,7	89
⁵³ Cr	0,035	0,12	1,69 ± 0,01	5,4 ± 0,1	4,9	100
⁶³ Cu	0,09	0,29	1,90 ± 0,03	4,1 ± 0,2	7,2	99
²⁰⁸ Pb	0,076	0,25	0,50 ± 0,03	0,94 ± 0,04	- 4,0	96
⁸² Se	0,027	0,090	0,370 ± 0,009	0,69 ± 0,04	5,0	85
²³⁸ U	0,035	0,12	0,20 ± 0,01	0,91 ± 0,07	1,4	96
⁶⁶ Zn	0,20	0,65	4,28 ± 0,05	11,3 ± 0,7	2,2	90

Huiles

Éléments	Limite de détection (mg/kg)	Limite de quantification (mg/kg)	Réplicabilité (mg/kg)	Répétabilité (mg/kg)	Erreur relative (%)	Récupération (%)
⁷⁵ As	0,7	2,4	5,0 ± 0,2	13 ± 3	2,7	141
¹¹¹ Cd	0,4	1,4	5,0 ± 0,1	18 ± 2	3,8	111
⁵³ Cr	2,6	8,7	7,2 ± 0,9	34 ± 5	0,5	122
²⁰⁸ Pb	1,5	5,2	17,0 ± 0,5	590 ± 50	8,6	82

Air

Éléments	Limite de détection (µg/m ³)	Limite de quantification (µg/m ³)	Réplicabilité (µg/m ³)	Répétabilité (µg/m ³)	Erreur relative (%)	Récupération (%)
⁷⁵ As	0,0010	0,0035	0,0019 ± 0,0003	0,025 ± 0,002	14,9	92
¹¹¹ Cd	0,0003	0,0009	0,0007 ± 0,0001	0,023 ± 0,002	7,8	87
⁵³ Cr	0,043	0,14	0,08 ± 0,01	0,32 ± 0,03	19,8	87
²⁰⁸ Pb	0,003	0,010	0,004 ± 0,001	0,091 ± 0,006	1,4	93
⁶⁶ Zn	0,05	0,16	0,05 ± 0,02	0,20 ± 0,03	14,2	85

Boues

Éléments	Limite de détection (mg/kg)	Limite de quantification (mg/kg)	Répliquabilité (mg/kg)	Répétabilité (mg/kg)	Erreur relative (%)	Récupération (%)
²⁷ Al	17	56	56 ± 6	10 400 ± 1 000	0,6	92
⁷⁵ As	0,7	2,4	3,3 ± 0,2	9 ± 1	1,9	89
¹¹ B	10	33	69 ± 3	94 ± 14	0,9	73
⁴⁴ Ca	12	38	37 ± 4	40 000 ± 2 000	7,7	95
¹¹¹ Cd	0,5	1,8	3,7 ± 0,2	4,5 ± 0,4	0,2	102
⁵⁹ Co	2,3	7,7	20,9 ± 0,8	60 ± 4	2,7	103
⁵³ Cr	2,8	9,4	15,5 ± 0,9	780 ± 67	4,6	104
⁶³ Cu	4	13	32 ± 1	510 ± 50	2,8	104
³⁹ K	200	650	710 ± 70	2 100 ± 300	8,5	84
²⁴ Mg	24	80	46 ± 8	5 200 ± 400	7,1	74
⁵⁵ Mn	9	31	41 ± 3	210 ± 20	5,2	114
⁹⁵ Mo	1,2	4,2	10,8 ± 0,4	12 ± 1	8,7	90
⁶² Ni	1,7	5,5	10,9 ± 0,4	52 ± 5	4,9	98
²⁰⁸ Pb	4	14	14 ± 1	220 ± 19	4,3	113
⁸² Se	0,8	2,6	4,0 ± 0,3	21 ± 2	3,7	97
⁶⁶ Zn	4	14	38 ± 1	560 ± 60	6,4	103