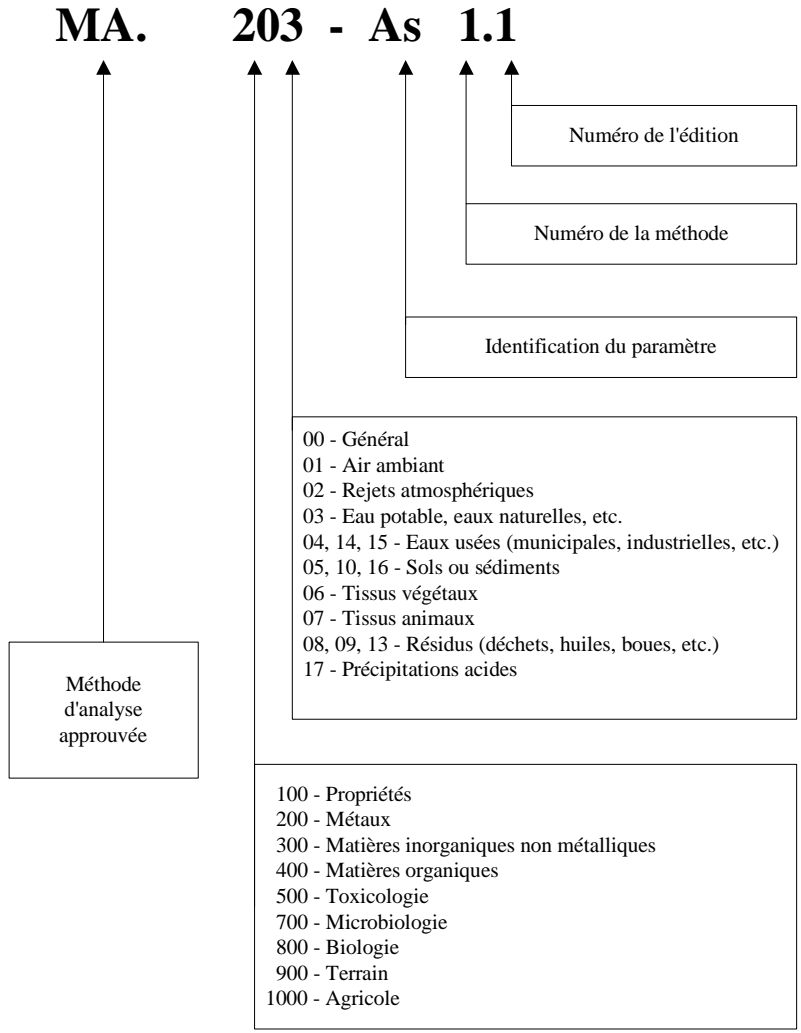


MA. 203 – Mét. 1.1
Édition : 2003-10-18

Méthode d'analyse

Détermination des métaux dans l'eau :
méthode automatisée par spectrophotométrie d'absorption
atomique avec atomisation électrothermique

Exemple de numérotation :



ÉDITION APPROUVÉE LE : 18 octobre 2003

Historique de la méthode

Ce document remplace l'édition émise le 10 février 1999 et inclut l'antimoine comme métal analysé.

Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Détermination des métaux dans l'eau : méthode automatisée par spectrophotométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique. MA. 203 – Mét. 1.1, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 19 p.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. FIABILITÉ	7
3.1. Interférence	7
3.2. Limite de détection	8
3.3. Limite de quantification	8
3.4. Sensibilité	8
3.5. Fidélité	8
3.6. Justesse	8
3.7. Pourcentage de récupération	9
4. CONSERVATION	9
5. APPAREILLAGE	9
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	10
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	12
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	17
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	17
10. BIBLIOGRAPHIE	18
ANNEXE 1 – CHANGEMENT DE L'EAU DANS LE RECIRCULATEUR	19

INTRODUCTION

La présence d'argent, de cadmium, de plomb et d'antimoine dans l'eau résulte de l'action des agents atmosphériques sur les roches, du lessivage des sols et des rejets industriels.

Ces éléments sont trouvés à l'état de trace dans l'eau des rivières du Québec. Leur concentration dans l'eau ou dans les lixiviats est mesurée grâce à différentes activités et applications réglementaires du ministère de l'Environnement du Québec, dont le Règlement sur la qualité de l'eau potable, le Règlement sur les fabriques de pâtes et papiers, la Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés et le Règlement sur les matières dangereuses.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination de l'argent, du cadmium, du plomb et de l'antimoine dans les eaux souterraines, les eaux de surface et l'eau potable.

La plage d'étalonnage se situe entre 0 et 0,015 mg/l pour l'argent, entre 0 mg/l et 0,003 mg/l pour le cadmium, entre 0 mg/l et 0,050 mg/l pour le plomb et, finalement, entre 0 mg/l et 0,010 mg/l pour l'antimoine. Le domaine d'application peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

L'échantillon est dosé par un spectrophotomètre d'absorption atomique muni d'un four à atomisation électrothermique et d'un correcteur de bruit de fond de type Zeeman.

Une portion de l'échantillon est injectée dans le four et subit trois traitements à des températures différentes : le séchage, la calcination et la vaporisation. Lors de la vaporisation, l'absorbance est mesurée à une longueur d'onde spécifique à l'élément à doser.

La concentration des métaux est déterminée en comparant les absorbances respectives de l'échantillon et d'une gamme de 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 principales interférences sont l'absorption moléculaire et l'effet de matrice. L'utilisation d'un correcteur de bruit de fond ainsi que d'un modificateur de matrice serviront à contrer ces interférences. De plus, dans le cas de l'antimoine, il peut être préférable de travailler en surface, moins sensible, plutôt qu'en hauteur de pic, pour contrer les effets de certaines interférences.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 0,000095 mg/l pour l'argent, de 0,00013 mg/l pour le cadmium, de 0,00025 mg/l pour le plomb et de 0,00034 mg/l (hauteur) et 0,00048 mg/l (aire) pour l'antimoine. Pour les applications courantes, ces valeurs ont été arrondies à 0,0001 mg/l pour l'argent, 0,0002 mg/l pour le cadmium, 0,0003 mg/l pour le plomb et 0,0005 mg/l pour l'antimoine.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 0,00032 mg/l pour l'argent, de 0,00042 mg/l pour le cadmium, de 0,00082 mg/l pour le plomb et de 0,0016 pour l'antimoine. Pour les applications courantes, ces valeurs ont été arrondies à 0,0003 mg/l pour l'argent, 0,0005 mg/l pour le cadmium, 0,001 mg/l pour le plomb et 0,002 pour l'antimoine.

3.4. SENSIBILITÉ

La sensibilité moyenne a été calculée à 89 unités d'absorbance/mg·l⁻¹ pour l'argent, 255 unités d'absorbance/mg·l⁻¹ pour le cadmium, 14 unités d'absorbance/mg·l⁻¹ pour le plomb et 254 unités d'absorbance/mg·l⁻¹ (hauteur) et 99 unités d'absorbance/mg·l⁻¹ (surface) pour l'antimoine.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures (n = 10) a été de ± 0,00003 mg/l à une concentration de 0,0024 mg/l d'argent, de ± 0,00003 mg/l à une concentration de 0,00078 mg/l de cadmium et de ± 0,0004 mg/l à une concentration de 0,024 mg/l de plomb.

Pour l'antimoine, la répliquabilité en hauteur de pic a été de ± 0,00008 mg/l à une concentration de 0,00208 mg/l d'antimoine et de ± 0,00014 mg/l à une concentration de 0,0073 mg/l d'antimoine, alors qu'en surface, elle a été de ± 0,00013 mg/l à une concentration de 0,00845 mg/l et de ± 0,00016 mg/l à une concentration de 0,00435 mg/l d'antimoine.

3.5.2 Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures (n = 10) a été de ± 0,000054 mg/l à une concentration de 0,0012 mg/l d'argent, de ± 0,00005 mg/l à une concentration de 0,00072 mg/l de cadmium, de ± 0,0095 mg/l à une concentration de 0,076 mg/l de plomb et elle doit être déterminée pour l'antimoine.

3.6. JUSTESSE

Lors d'essais, la justesse a été de 94 % à une concentration attendue de 0,00048 mg/l d'argent, de 100 % à une concentration de 0,0050 mg/l de cadmium et de 86 % à une concentration de 0,067 mg/l de plomb. Pour l'antimoine, en hauteur de pic, la justesse d'une série de mesures

(n = 13) a été de 93 % à une concentration de 0,00811 mg/l et de 88 % à une concentration de 0,00420 mg/l (n = 12), alors qu'elle a été, en surface, de 96 % (n = 9) à une concentration attendue de 0,00811 mg/l et de 94 % à une concentration attendue de 4,20 mg/l.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Le taux de récupération par cette procédure de dosage a été de 125 % pour un ajout de 0,005 mg/l d'argent, de 113 % pour un ajout de 0,0005 mg/l de cadmium et de 112 % pour un ajout de 0,010 mg/l de plomb. Pour l'antimoine, en hauteur de pic, le taux de récupération a varié entre 85 et 124 % pour un ajout de 0,00238 mg/l d'antimoine à des échantillons de 0,00208 mg/l, 0,00362 mg/l et 0,0040 mg/l d'antimoine, alors qu'il a varié entre 92 et 107 % pour des ajouts de 0,00238 mg/l et 0,00455 mg/l à des échantillons variant entre 0,00419 et 0,00435 mg/l d'antimoine analysés en surface.

4. CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique de 125 ml exempt de contaminants.

Acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ en ajoutant 0,5 ml d'une solution de HNO_3 50 % (V/V). Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

5. APPAREILLAGE

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

- 5.1. Spectrophotomètre d'absorption atomique de marque Varian, modèle SpectrAA-40 Zeeman
- 5.2. Lampes à cathode creuse (Ag, Cd, Pb et Sb)
- 5.3. Atomiseur électrothermique de marque Varian, modèle GTA-96, muni d'un échantillonneur automatique
- 5.4. Station de travail de marque Varian, modèle DS-15
- 5.5. Imprimante
- 5.6. Recirculateur d'eau de marque Neslab, modèle CFT-33

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 ultra-pure dont la résistivité mesurée est égale ou supérieure à 18 mégohm-cm.

- 6.1. Acide nitrique de qualité Aristar ou l'équivalent, HNO_3 (CAS n° 07697-37-2)
- 6.2. Argon (CAS n° 7440-37-1)
- 6.3. Solution étalon d'argent de 1 000 mg/l (qualité spectroscopique)
- 6.4. Solution étalon de cadmium de 1 000 mg/l (qualité spectroscopique)
- 6.5. Solution étalon de plomb de 1 000 mg/l (qualité spectroscopique)
- 6.6. Solution étalon d'antimoine de 1 000 mg/l (qualité spectroscopique)
- 6.7. Phosphate d'ammonium monobasique, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (CAS n° 7722-76-1)
- 6.8. Solution de phosphate d'ammonium monobasique de 0,5 % (P/V)

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 5 g de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (cf. 6.7) dans environ 800 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

NOTE – Employer comme modificateur de matrice.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 2 mois.

- 6.9. Solution étalon mère d'argent de 1,00 mg/l

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1 ml de la solution étalon d'argent de 1 000 mg/l (cf. 6.3) et 2 ml de HNO_3 (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

- 6.10. Solution étalon mère de cadmium de 1,00 mg/l

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1 ml de la solution étalon de cadmium de 1 000 mg/l (cf. 6.4) et 2 ml de HNO_3 (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.11. Solution étalon mère de plomb de 1,00 mg/l

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1 ml de la solution étalon de plomb de 1 000 mg/l (cf. 6.5) et 2 ml de HNO₃ (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.12. Solution étalon mère d'antimoine de 1,00 mg/l

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire à l'aide d'une micropipette 1 000 µl de la solution étalon de plomb de 1 000 mg/l (cf. 6.5) et 2 ml de HNO₃ (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.13. Solution étalon de travail d'argent de 0,060 mg/l

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 6 ml de la solution étalon d'argent de 1,00 mg/l (cf. 6.9) et 0,2 ml de HNO₃ (cf. 6.1) dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.14. Solution étalon intermédiaire de cadmium de 0,040 mg/l

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 4 ml de la solution étalon de cadmium de 1,00 mg/l (cf. 6.10) et 0,2 ml de HNO₃ (cf. 6.1) dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.15. Solution étalon de travail de cadmium de 0,004 mg/l

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution étalon de cadmium de 0,040 mg/l (cf. 6.14) et 0,2 ml de HNO₃ (cf. 6.1) dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.16. Solution étalon de travail de plomb de 0,100 mg/l

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution étalon de plomb de 1,00 mg/l (cf. 6.11) et 0,2 ml de HNO₃ (cf. 6.1) dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.17. Solution étalon de travail d'antimoine de 0,050, 0,010 et 0,0050 mg/l

Dans des fioles jaugées de 50 ml, 100 ml et 50 ml, introduire respectivement, à l'aide d'une micropipette, 2 500 µl, 1 000 µl et 250 µl de la solution étalon d'antimoine de 1,00 mg/l (cf. 6.11) et 0,2 ml de HNO₃ (cf. 6.1) dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Délai de conservation : Cette solution peut être conservée à la température ambiante pendant 6 mois.

6.18. Chloramine-T (CAS n° 7080-50-4)

6.19. Solution du recirculateur, chloramine-T 0,25 g/l

Remplir une bouteille de 4 l munie d'un robinet avec de l'eau du robinet et ajouter 1,0 g de chloramine T (cf. 6.18).

Note – Pour cette solution, l'eau ne doit pas être ultra-pure, mais bien de l'eau du robinet.

6.20. Solution de rinçage de la seringue, HNO₃ 0,01 % (V/V)

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, ajouter 100 µl de HNO₃ concentré (cf. 6.1) et 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 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.

- Effectuer la mise sous tension du spectrophotomètre, de l'ordinateur et de l'atomiseur électrothermique (four).
- Mettre en marche la ventilation au-dessus de la fournaise au graphite.
- Ouvrir le recirculateur d'eau et faire circuler l'eau de refroidissement dans les parois de l'atomiseur électrothermique.
- Changer l'eau de rinçage (cf. 6.20).
- Ouvrir le débit d'argon.

- Effectuer les ajustements de l'appareil comme suit :

	Ag	Cd	Pb	Sb
Source	L.C.C.*	L.C.C.*	L.C.C.*	L.C.C.*
Mesure du pic	Hauteur	Hauteur	Hauteur	Hauteur ou surface**
Courant de la lampe (mA)	4	4	5	10
Longueur de la fente (nm)	0,5	0,5	0,5	0,2
Longueur d'onde (nm)	328,1	228,8	283,3	217,6
Correcteur de bruit de fond	oui	oui	oui	oui
Mode d'échantillonnage	«Auto-mix»	«Auto-mix»	«Auto-mix»	«Auto-mix»
Replica	3	3	3	3

* L.C.C. : lampe à cathode creuse.

** Mesure du pic : En hauteur ou en surface selon la forme des pics des échantillons et des étalons. Si les pics des échantillons présentent une forme semblable à celle des étalons, il est préférable de mesurer en hauteur de pic (plus sensible). Toutefois, si la forme des pics des échantillons diffère de celle des étalons, il est préférable de mesurer en surface, même si la sensibilité est moindre.

- Placer la lampe correspondant à l'élément à doser et vérifier l'alignement vertical et horizontal de la lampe afin d'optimiser la lecture d'absorbance.
- Vérifier l'état du tube en graphite et des cônes qui permettent le passage du courant électrique à travers le tube en graphite. Changer si nécessaire.
- Changer le tube en graphite après environ 100 atomisations.
- Vérifier la propreté des fenêtres en quartz de l'atomiseur électrothermique et les nettoyer au besoin.
- Rincer le bout de la tige de l'échantillonneur avec de l'acétone.
- Aligner le capillaire de l'échantillonneur avec le trou du tube en graphite. Ajuster la hauteur de la pointe au-dessus du tube en graphite à environ 1/3 du diamètre du tube.
- Utiliser de l'acide nitrique 0,01 % (V/V) comme solution de rinçage de la seringue.
- Purger la seringue et la vider des bulles d'air.
- Effectuer les ajustements de l'atomiseur électrothermique comme suit :

a) Argent

Étape n°	Température (°C)	Temps (s)	Débit argon (l/min)	Lecture de l'absorbance
1	85	25	3,0	non
2	95	25	3,0	non
3	120	10	3,0	non
4	700	5	3,0	non
5	700	5	3,0	non
6	700	5	0,0	non
7	2 000	0,9	0,0	oui
8	2 000	2,0	0,0	oui
9	2 300	2,0	3,0	non

b) Cadmium

Étape n°	Température (°C)	Temps (s)	Débit argon (l/min)	Lecture de l'absorbance
1	85	25	3,0	non
2	95	25	3,0	non
3	120	10	3,0	non
4	500	5	3,0	non
5	500	5	3,0	non
6	500	5	0,0	non
7	1 800	0,8	0,0	oui
8	1 800	2,0	3,0	oui
9	2 200	2,0	3,0	non

c) Plomb

Étape n°	Température (°C)	Temps (s)	Débit argon (l/min)	Lecture de l'absorbance
1	85	25	3,0	non
2	95	25	3,0	non
3	120	10	3,0	non
4	700	5	3,0	non
5	700	5	3,0	non
6	700	5	0,0	non
7	1 900	1	0,0	oui
8	1 900	2	0,0	oui
9	2 300	2	3,0	non

d) Antimoine

Étape n°	Température (°C)	Temps (s)	Débit argon (l/min)	Lecture de l'absorbance
1	95	5,0	3,0	non
2	120	60	3,0	non
3	140	15	3,0	non
4	800	10	3,0	non
5	800	10	3,0	non
6	800	2	0,0	non
7	2 500	1	0,0	oui
8	2 500	2	0,0	oui
9	2 600	1	3,0	non

- Les conditions expérimentales ne sont données qu'à titre indicatif. Elles diffèrent légèrement d'un tube de graphite à l'autre et selon l'usure d'un même tube.
- Conditionner le tube de graphite en effectuant 4 à 5 analyses à vide avant de commencer les analyses avec un nouveau tube en graphite. Éviter le « tube clean », qui détruit prématurément les tubes en graphite.
- Déposer sur le plateau de l'échantillonneur soit la solution étalon de 0,060 mg/l d'argent, de 0,004 mg/l de cadmium (*cf.* 6.15), de 0,100 mg/l de plomb (*cf.* 6.16) ou de 0,010 mg/l d'antimoine (*cf.* 6.15), l'eau contenant 0,2 % HNO₃ (V/V), les contrôles A, B ou C ou une combinaison des trois, et les échantillons et les échantillons de contrôle. Les solutions étalons placées au début permettent d'établir la courbe d'étalonnage. Dans le cas de l'analyse de Ag, Cd ou Pb, placer aussi sur le plateau la solution de phosphate d'ammonium monobasique 0,5 % (P/V) (*cf.* 6.8).

L'échantillonneur effectuera les dilutions nécessaires (à partir de la solution étalon concentrée) pour l'obtention de la courbe d'étalonnage. Il ajoute à chaque solution étalon le volume requis de la solution de phosphate d'ammonium monobasique, le cas échéant. Les volumes requis sont énumérés dans les tableaux suivants.

Argent	Volume µl		
	Solution étalon 0,060 mg/l	Eau 0,2 % (V/V) HNO ₃	Solution de phosphate d'ammonium
Blanc	0	20	5
Std1 : 0,0030 mg/l	1	19	5
Std2 : 0,0060 mg/l	2	18	5
Std3 : 0,0090 mg/l	3	17	5
Std4 : 0,0120 mg/l	4	16	5
Std5 : 0,0150 mg/l	5	15	5
Échantillon	20	0	5

Cadmium	Volume µl		
	Solution étalon 0,004 mg/l	Eau 0,2 % (V/V) HNO ₃	Solution de phosphate d'ammonium
Blanc	0	20	5
Std1 : 0,0002 mg/l	1	19	5
Std2 : 0,0006 mg/l	3	17	5
Std3 : 0,0010 mg/l	5	15	5
Std4 : 0,0020 mg/l	10	10	5
Std5 : 0,0030 mg/l	15	5	5
Échantillon	20	0	5

Plomb	Volume µl		
	Solution étalon 0,100 mg/l	Eau 0,2 % (V/V) HNO ₃	Solution de phosphate d'ammonium
Blanc	0	20	5
Std1 : 0,0050 mg/l	1	19	5
Std2 : 0,0100 mg/l	2	18	5
Std3 : 0,0200 mg/l	4	16	5
Std4 : 0,0300 mg/l	6	14	5
Std5 : 0,0500 mg/l	10	10	5
Échantillon	20	0	5

Antimoine	Volume µl		
	Solution étalon 0,010 mg/l	Eau 0,2 % (V/V) HNO ₃	Solution de phosphate d'ammonium
Blanc	0	40	0
Std1 : 0,002 mg/l	8	32	0
Std2 : 0,004 mg/l	16	24	0
Std3 : 0,006 mg/l	24	16	0
Std4 : 0,008 mg/l	32	8	0
Std5 : 0,010 mg/l	40	0	0
Échantillon	40	0	0

- Lorsque les analyses sont terminées, fermer le spectrophotomètre, l'atomiseur électrothermique et la station de travail. Ensuite, fermer le recirculateur d'eau, la bonbonne d'argon et la ventilation.

NOTE – Une fois par mois, procéder au changement d'eau du recirculateur en suivant les instructions de l'annexe 1.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont obtenus à l'aide d'un traitement informatisé des données.

Les résultats sont exprimés en mg/l pour chacun des métaux dosés. Les résultats finaux sont exprimés mg/l d'échantillon selon l'équation suivante :

$$C = A \times F$$

où

C : concentration du métal dans l'échantillon (mg/l);

A : concentration du métal dans la solution dosée (mg/l);

F : facteur de dilution de la solution dosée, si nécessaire.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

En ce qui concerne les matériaux de référence et matériaux de référence certifiés, les critères d'acceptabilité sont définis par le responsable désigné.

La valeur du blanc de méthode ne doit pas dépasser deux fois la limite de détection pour chacun des métaux d'intérêt.

L'étalonnage est accepté si les concentrations des échantillons de contrôle de l'étalonnage se situent entre des valeurs de référence définies par le responsable désigné et inscrites sur les feuilles de travail ou tout autre document de référence pertinent.

Les résultats des duplicata et des replica ne doivent pas différer de plus de 10 % de la valeur moyenne ou de plus de deux fois la limite de détection, selon la concentration analysée.

Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement des composés d'intérêt dans la même plage de recouvrement acceptée pour une matrice donnée, selon les critères d'acceptabilité définis par le responsable désigné.

Les résultats des échantillons de contrôle insérés dans les routines d'analyse sont acceptés par le système de gestion des analyses lorsqu'ils sont compris à l'intérieur de l'écart attendu.

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 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, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

ENVIRONNEMENT CANADA, DIRECTION GÉNÉRALE DES EAUX INTÉRIEURES, DIRECTION DE LA QUALITÉ DES EAUX, Références sur la qualité des eaux, Guide des paramètres de la qualité des eaux, 1980.

VARIAN TECHTRON PTY. LIMITED, Analytical Methods for Zeeman Graphite Tube Atomizers, December 1986.

ANNEXE 1 – Changement de l’eau dans le recirculateur

NOTE 1 – Le changement d’eau dans le recirculateur doit être fait pendant qu’il fonctionne.

- Enlever le panneau au-dessus du recirculateur.
- Enlever le bouchon et à partir de la bouteille munie d’un robinet contenant la solution de chloramine T (*cf.* 6.18), faire le changement du liquide.
- Ouvrir en même temps le robinet de la cruche d’eau et le robinet de rejet du recirculateur. Ne pas oublier de mettre un récipient.
- Lorsque la bouteille est presque vide, fermer le robinet d’évacuation et attendre que le recirculateur soit plein; ensuite, replacer le bouchon et le panneau.

NOTE 2 – Cette opération doit être répétée tous les mois.

NOTE 3 – L’eau utilisée doit être de l’eau du robinet et non de l’eau ultra-pure.