Centre d'expertise
en analyse environnementale
du Québec

Méthode d'analyse

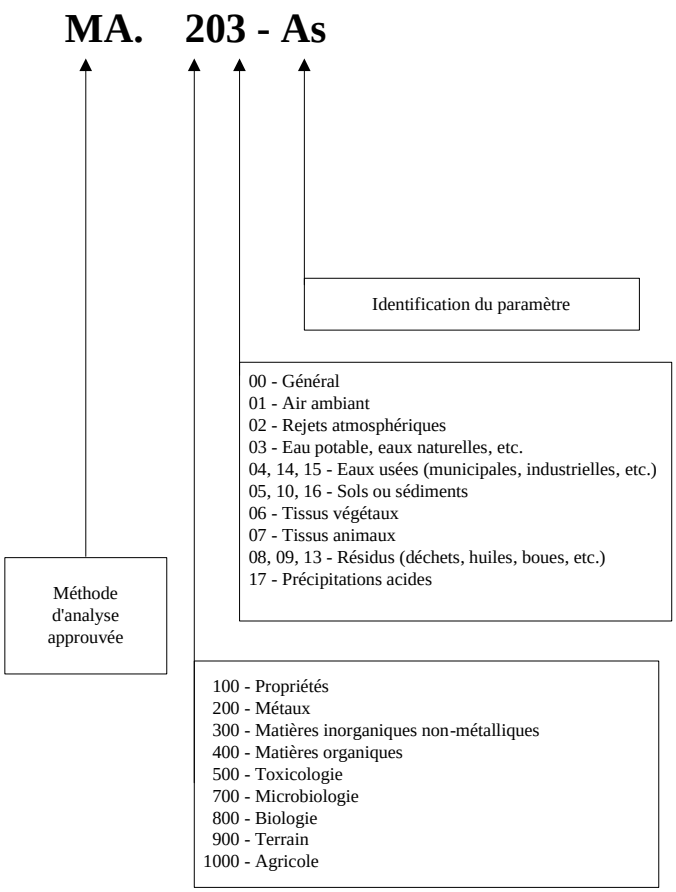
MA. 203 – Mét.Tra. 1.1

Détermination des métaux à l'état de trace en conditions propres dans l'eau : méthode par spectrométrie d'émission au plasma d'argon et détection par spectrométrie de masse

Édition : 2014-02-12

Québec

Comment fonctionne la codification ?



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

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination des métaux à l'état de trace en conditions propres dans l'eau : méthode par spectrométrie d'émission au plasma d'argon et détection par spectrométrie de masse*, MA. 203 – Met.Tra. 1.1, Rév. 1 Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 2014, 16 p.

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
2700, rue Einstein, bureau E.2.220
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301
Télécopieur : 418 528-1091
Courriel : ceaeq@mddefp.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2014

TABLE DES MATIÈRES

1. DOMAINE D'APPLICATION 5

2. PRINCIPE ET THÉORIE 6

3. INTERFÉRENCE 6

4. CONSERVATION 6
   4.1. Prélèvement et conservation pour les métaux 6

5. APPAREILLAGE 7

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS 7

7. PROTOCOLE D'ANALYSE 12
   7.1. Préparation spéciale du matériel 12
   7.2. Préparation des échantillons 12
   7.3. Dosage 12

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS 14

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ 14

10. BIBLIOGRAPHIE 15

ANNEXE 1 : PROTOCOLE DE DÉCONTAMINATION DU MATÉRIEL 16

INTRODUCTION

La présence de métaux à l'état soluble dans l'environnement est principalement liée 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 cette présence de métaux; c'est notamment le cas du potassium, du calcium et du magnésium. À des niveaux de concentration relativement faible, 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 de métaux dans l'eau souterraine, les eaux de surface et l'eau potable. Les limites inférieures et supérieures sont indiquées dans le tableau suivant :

Élément	Limite inférieure appliquée (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)
Ag	0,002	2,5
Al	0,4	1000
As	0,03	10
B	0,3	50
Ba	0,02	100
Be	0,008	2,5
Cd	0,006	2,5
Co	0,007	10
Cr	0,04	10
Cu	0,05	10
Fe	0,5	1000
Mn	0,004	100
Mo	0,003	10
Ni	0,05	10
Pb	0,03	2,5
Sb	0,004	10
Se	0,2	10
Sr	0,05	2 000
U	0,001	50
V	0,01	10
Zn	0,3	50

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 solution étalons ou de matériaux de référence certifié.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le dosage est effectué avec un spectromètre à émission au plasma d'argon induit par radiofréquence, ou ICP. Le plasma est produit par un phénomène d'induction dans une torche localisée à l'intérieur d'une bobine. Il est amorcé grâce à une décharge électrique qui produit des électrons libres et des ions d'argon. Les espèces sont soumises au champ magnétique créé dans la bobine d'induction et les électrons sont accélérés dans le champ magnétique en produisant un courant induit. Avec les ions, ils engendrent des collisions qui créent et entretiennent le plasma. L'échantillon est entraîné dans ce plasma. Les métaux sont atomisés, puis ionisés à des températures pouvant atteindre 10 000 K. Par la suite, les métaux ionisés sont dirigés dans un spectromètre de masse où ils seront séparés selon leur ratio masse/charge. Les concentrations des éléments sont déterminées en comparant les intensités respectives de l'échantillon et des solutions étalons.

3. INTERFÉRENCE

Les interférences les plus fréquentes sont de type spectrale, soit polyatomique (formation d'ions moléculaires à partir des éléments contenus dans l'échantillon) et isobarique (même masse atomique pour 2 éléments différents). Les interférences isobariques sont éliminées par le logiciel de l'appareil, à l'aide d'équations de correction. Les interférences polyatomiques sont éliminées avec l'utilisation de la cellule à réaction.

Les interférences de type physique sont compensées par l'utilisation d'un étalon interne.

4. CONSERVATION

4.1. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION POUR LES MÉTAUX

Prélever un échantillon représentatif avec du matériel décontaminé (*cf.* annexe 1) et le transvider dans une bouteille en polyéthylène de basse densité (LDPE) ou de haute densité (HDPE), ou en téflon (TFE). Cette bouteille doit être décontaminée et si l'échantillon n'a pas à être filtré, la bouteille doit contenir l'agent de préservation (0,25 ml de HNO_3 de qualité ultratrace Aristar ultra™ (*cf.* 6.5) pour 125 ml). Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

Si l'échantillon doit être filtré, le délai de conservation entre le prélèvement et la filtration est de 24 heures. Au moment de la réception des échantillons, filtrer environ 25 ml d'échantillon à l'aide d'une seringue munie d'un filtre (*cf.* 5.9). Recueillir le filtrat dans une bouteille décontaminée de 60 ml. L'échantillon est acidifié avec l'agent de préservation (0,25 ml de HNO_3 de qualité ultratrace Aristar ultra™ (*cf.* 6.5) pour 125 ml). 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. Spectromètre d'émission au plasma d'argon couplé à un spectromètre de masse de marque Perkin Elmer Sciex, modèle Elan DRC II

5.2. Chambre de nébulisation de type cyclonique

5.3. Micro nébuliseur concentrique

5.4. Échantillonneur de marque Perkin Elmer Sciex, modèle S10

5.5. Logiciel d'exploitation Elan de marque Perkin Elmer Sciex

5.6. Tubes de 12 ml en polypropylène de forme conique avec bouchons en polypropylène (PP)

5.7. Micropipettes avec embouts décontaminés selon la procédure de l'annexe 1

5.8. Seringue en plastique d'une capacité de 50 ml

5.9. Cartouche contenant un filtre d'acétate de cellulose 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.

6.1. Argon, Ar (CAS n^{o} 7440-37-1)

6.2. Oxygène, O_2 (CAS n^{o} 7782-44-7)

6.3. Ammoniaque, NH_3 (CAS n^{o} 7664-41-7)

6.4. Acide nitrique (qualité ACS), HNO_3 (CAS n^{o} 7607-37-2)

6.5. Acide nitrique (qualité Aristar ultra^{TM} ou l'équivalent), HNO_3 (CAS n° 7607-37-2)

6.6. Solution de trempage, HNO_3 50 % V/V pour décontamination du matériel

Dans un bac de trempage en polyéthylène contenant 6 litres d'eau ultrapure, verser 6 litres de HNO_3 concentré de qualité ACS (*cf.* 6.4) et bien mélanger.

6.7. Solution de trempage HNO_3 10 % pour décontamination du matériel

Dans un bac de trempage en polyéthylène contenant 10,8 litres d'eau, verser 1,2 litre de HNO_3 concentré de qualité ACS (*cf.* 6.4) et bien mélanger.

6.8. Solution de rinçage pour les métaux, HNO_3, 0,2 % V/V

Dans une fiole volumétrique de 2 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 4 ml de HNO_3 concentré de qualité Aristar ultra™ (*cf.* 6.5) et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

6.9. Solution étalon d'argent de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ag (CAS n° 7440-22-4)

6.10. Solution étalon d'aluminium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Al (CAS n° 7429-90-2)

6.11. Solution étalon d'aluminium de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Al (CAS n° 7429-90-2)

6.12. Solution étalon d'arsenic de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), As (CAS n° 7440-38-2)

6.13. Solution étalon de bore de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), B (CAS n° 7440-42-8)

6.14. Solution étalon de baryum de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ba (CAS n° 7440-39-3)

6.15. Solution étalon de béryllium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Be (CAS n° 7440-41-7)

6.16. Solution étalon de cadmium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cd (CAS n° 7440-43-9)

6.17. Solution étalon de cobalt de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Co (CAS n° 7440-48-4)

6.18. Solution étalon de chrome de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cr (CAS n° 7440-47-3)

6.19. Solution étalon de cuivre de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cu (CAS n° 7440-50-8)

6.20. Solution étalon de fer de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Fe (CAS n° 7439-89-6)

6.21. Solution étalon de fer de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Fe (CAS n° 7439-89-6)

6.22. Solution étalon de manganèse de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Mn (CAS n° 7439-96-5)

6.23. Solution étalon de molybdène de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Mo (CAS n° 7439-98-7)

6.24. Solution étalon de nickel de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ni (CAS n° 7440-02-2)

6.25. Solution étalon de plomb de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Pb (CAS n° 7439-92-1)

6.26. Solution étalon d'antimoine de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sb (CAS n° 7440-36-0)

6.27. Solution étalon de sélénium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Se (CAS n° 7782-49-2)

6.28. Solution étalon de strontium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sr (CAS n° 7440-24-6)

6.29. Solution étalon d'uranium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), U (CAS n° 7440-61-1)

6.30. Solution étalon de vanadium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), V (CAS n° 7440-62-2)

6.31. Solution étalon de zinc de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Zn (CAS n° 7440-66-6)

6.32. Solutions combinées A pour le groupe de métaux MT-TR1

Pour la préparation des solutions combinées 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 environ 6 mois à la température ambiante.

Solutions	Volume à ajouter (ml)			
	Solution combinée 1A	Solution combinée 2A	Solution combinée 3A	Solution combinée 4A
Ag (*cf.* 6.9)	1,0			
Al (*cf.* 6.10)				0,5
As (*cf.* 6.12)		1,0		
B (*cf.* 6.13)			1,0	
Ba (*cf.* 6.14)			2,0	
Be (*cf.* 6.15)	1,0			
Cd (*cf.* 6.16)	1,0			
Co (*cf.* 6.17)		1,0		
Cr (*cf.* 6.18)		1,0		
Cu (*cf.* 6.19)		1,0		
Fe (*cf.* 6.20)				0,5
Mn (*cf.* 6.22)			2,0	
Mo (*cf.* 6.23)		1,0		
Ni (*cf.* 6.24)		1,0		
Pb (*cf.* 6.25)	1,0			
Sb (*cf.* 6.26)		1,0		
Se (*cf.* 6.27)		1,0		
Sr (*cf.* 6.28)				5,0
U (*cf.* 6.29)			1,0	
V (*cf.* 6.30)		1,0		
Zn (*cf.* 6.31)			1,0	
HNO_3 (*cf.* 6.5)	2,0	10,0	5,0	5,0
Volume final	1 000	200	100	100

6.33. Solutions combinées B

Pour la préparation des étalons combinées B, utiliser des fioles volumétriques en PP dûment décontaminées et introduire les volumes indiqués ci-dessous des solutions étalons combinées A pour former les solutions étalons combinées B. Compléter au trait de jauge

avec de l'eau. Ces solutions peuvent être conservées environ 6 mois à la température ambiante.

Solutions	Volume à ajouter (ml)			
	Solution combinée 1B	Solution combinée 2B	Solution combinée 3B	Solution combinée 4B
Solution combinée 1A (*cf.* 6.32)	2,5			
Solution combinée 2A (*cf.* 6.32))		4,0		
Solution combinée 3A (*cf.* 6.32)			5,0	
Solution combinée 4A (*cf.* 6.32)				2,0
HNO_3 (*cf.* 6.5)	0,1	0,2	s. o.	0,1
Volume final	50	200	100	100

6.34. Solutions étalons des métaux

Pour la préparation des étalons de dosage, utiliser des fioles volumétriques décontaminées en PP et introduire, à l'aide de pipettes, les volumes indiqués ci-dessous des solutions combinées. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Préparer une solution témoin (blanc) avec l'acide seulement. Ces solutions peuvent être conservées environ 6 mois à la température ambiante.

Solutions	Volume à ajouter (ml)					
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5	Étalon 6
Solution combinée 1A (*cf* . 6.32)			0,5	0,5	1,25	
Solution combinée 1B (*cf.* 6.33)	0,5	2,0				
Solution combinée 2A (*cf* . 6.32			0,4	0,5	1,0	
Solution combinée 2B (*cf.* 6.33)	0,5	2,5				
Solutions combinées 3A (*cf* . 6.32			0,5	0,5	1,25	2,5
Solutions combinées 3B (*cf.* 6.33)	0,5	1,0				
Solution combinée 4A (*cf* . 6.32			0,4	0,5	2,0	
Solution combinée 4B (*cf.* 6.33)	0,5	2,5				
Al (*cf.* 6.10)						0,5
Fe (*cf.* 6.20)						0,5
HNO_3 (*cf.* 6.5)	1,0	1,0	2,0	1,0	1,0	0,835
Volume final	500	500	1 000	500	500	500

Concentration des métaux dans les étalons de dosage :

Métaux	Concentration (µg/l)					
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5	Étalon 6
Ag	0,05	0,2	0,5	1,0	2,5	
Al	1,0	5	20	50	200	1000
As	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
B	0,5	1,0	5	10	25	50
Ba	1,0	2,0	10	20	50	100
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	
Cu	0,1	0,5	2,0	5,0	10	
Fe	1	5	20	50	200	1000
Mn	1,0	2,0	10	20	50	100
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	
Sr	1,0	5,0	20	50	200	
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	

6.35. Solution de scandium certifiée de 1 000 mg/l, Sc (CAS n° 7440-20-2)

6.36. Solution de germanium certifiée de 1 000 mg/l, Ge (CAS n° 7440-56-4)

6.37. Solution de rhodium certifiée de 1 000 mg/l, Rh (CAS n° 7440-16-6)

6.38. Solution d'indium certifiée de 1 000 mg/l, In (CAS n° 7440-74-6)

6.39. Solution de cérium certifiée de 1 000 mg/l, Ce (CAS n° 7440-45-1)

6.40. Solution de terbium certifiée de 1 000 mg/l, Tb (CAS n° 7440-27-9)

6.41. Solution de thorium certifiée de 1 000 mg/l, Th (CAS n° 7440-29-1)

6.42. Solution de lithium 6 certifiée de 100 mg/l, ^{6}Li (CAS n° 7439-93-2)

6.43. 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 HNO_3 concentré de qualité Aristar ultra™ (*cf.* 6.5), introduire 0,5 ml de chacune des solutions certifiées de 1 000 mg/l suivantes : rhodium (*cf.* 6.37), indium (*cf.* 6.38), cérium (*cf.* 6.39), terbium (*cf.* 6.40) et thorium (*cf.* 6.41). Ajouter également 5,0 ml de la solution certifiée de 1 000 mg/l de germanium (*cf.* 6.36) et 1,0 ml de la solution certifiée de

1 000 mg/l de scandium (*cf.* 6.35). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.

6.44. Solution de travail d'étalon interne

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml en PP contenant environ 800 ml d'eau, introduire 25 ml de la solution mère d'étalon interne (*cf.* 6.43) et 5 ml de la solution certifiée de 1 00 mg/l de lithium6 (*cf.* 6.42). Ajouter par la suite 2,0 ml de HNO_3 concentré de qualité Aristar ultra™ (*cf.* 6.5). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

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 dédié 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 et les tubes utilisés pour les manipulations analytiques doivent être en plastique (PP, LDPE ou HDPE). Les procédures de décontamination des tubes sont décrites en annexe 1.

Vérifier chaque nouveau lot de seringues et de filtres avant l'utilisation de ceux-ci pour s'assurer de l'absence de contaminant.

7.2. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Transvider une partie aliquote de l'échantillon directement dans un tube de 12 ml en PP pour le dosage et placer sur le carrousel selon la séquence d'analyse.

7.3. DOSAGE

Le dosage des échantillons est effectué à l'aide d'un spectromètre de masse couplé à une source d'émission au plasma d'argon de marque Perkin Elmer Sciex, modèle Elan DRC II. L'étalonnage, de type linéaire, est réalisé à chaque séquence d'analyse, à l'aide des solutions

préparées (*cf.* 6.33). L'analyse s'effectue selon les modes et les masses déterminés dans le tableau suivant.

Élément	Mode	Masse
Ag	Standard	107
Al	Standard	27
As*	Standard	75
As	DRC NH_3	75
B	Standard	11
Ba	Standard	138
Be	Standard	9
Cd	Standard	111
Co	Standard	59
Cr*	DRC NH_3	53
Cr	DRC NH_3	52
Cu*	Standard	63
Cu	DRC NH_3	65
Fe	DRC NH_3	54
Fe*	DRC NH_3	56
Mn	Standard	55
Mo	Standard	98
Ni	DRC NH_3	58
Pb	Standard	208
Sb	Standard	121
Se	DRC NH_3	78
Se*	DRC O_2	78
Sr	Standard	88
U	Standard	238
V	Standard	51
V*	DRC NH_3	51
Zn*	DRC NH_3	64
Zn	Standard	66

* Utiliser pour confirmation.

Les paramètres analytiques de l'appareil normalement utilisés sont les suivants :

- Débit des échantillons : 0,5 ml/min
- Débit de la solution de rinçage (*cf.* 6.8) : 1 ml/min
- Rinçage entre les échantillons : 2ml/min durant 200 s
- Débit du gaz auxiliaire : 1,2 ml/min
- Débit du gaz de plasma : 15 ml/min
- Voltage de la lentille : 6,25 V (peut varier entre 5 et 10 V)

- RF ICP : 1 100 W
- Voltage analogue : environ - 1 775 V
- Voltage d'impulsion : environ 1 050 V
- Débit des gaz dans la chambre de réaction :

  As = 0,1 ml/min NH_3
  Cr = 0,5 ml/min NH3
  Cu = 0,5 ml/min NH3
  Fe = 0,5 ml/min NH3
  Ni = 0,5 ml/min NH3
  Se = 0,3 ml/min NH3
  Se = 0,3 ml/min O2
  V = 0,5 ml/min NH3
  Zn = 0,5 ml/min NH_3

- Micro-nébuliseur avec chambre cyclonique et cône de platine

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont obtenus directement à l'aide du logiciel; ils sont calculés en 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 type. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts type.
Duplicata et réplicats	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplicat) 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 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 POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 3125 Metals by Inductively Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS) Method*, 22nd Edition, 2012.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]

ANNEXE 1 : 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 à flux laminaire 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 LE MATÉRIEL NEUF

1.1. Laver les contenants neufs avec du savon, laisser tremper quelques heures et rincer à l'eau ultrapure 7 fois.

1.2. Faire tremper le matériel dans l'acide nitrique HNO_3 50 % (V/V) pendant 3 jours et rincer à l'eau ultrapure 7 fois.

1.3. Faire tremper le matériel dans l'acide nitrique HNO_3 10 % (V/V) pendant 3 jours et rincer à l'eau ultrapure 7 fois.

1.4. Faire tremper le matériel dans l'eau ultrapure au moins 3 jours pour enlever les traces d'acide et rincer à l'eau ultrapure 7 fois.

1.5. Dans deux sacs en polyéthylène, entreposer le matériel d'échantillonnage rempli d'eau ultrapure ou légèrement acidifiée avec l'acide nitrique HNO_3 Aristar Ultra™ pour obtenir une teneur de 0,1 % V/V.

1.6. Faire sécher le matériel de travail (embouts, tubes de transfert d'échantillons, godets pour échantillonneur, etc.) dans la hotte à flux laminaire, et conserver par la suite dans deux sacs en polyéthylène jusqu'à utilisation.

2. PROCÉDURE POUR LE MATÉRIEL USAGÉ

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.

2.1 Rincer le matériel à l'eau chaude.

2.2 Rincer avec de l'eau déminéralisée.

2.3 Faire tremper le matériel dans le savon pour une durée de 3 jours.

2.4. Rincer le matériel à l'eau ultrapure 7 fois.

2.5. Procéder aux étapes 1.3 à 1.6 de la procédure de décontamination du matériel neuf.