

# Méthode d'analyse

MA. 200 – Mét-P ass. 1.0  
2026-03-12 (révision 6)

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

### **Coordination et rédaction**

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

### **Renseignements**

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

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : [www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp](http://www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp)

Internet : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://www.environnement.gouv.qc.ca)

### **Pour obtenir un exemplaire du document**

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec  
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs  
675, boul. René-Lévesque Est, 4<sup>e</sup> étage, boîte 23  
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://www.environnement.gouv.qc.ca)

Dépôt légal – 2026  
Bibliothèque et Archives nationales du Québec  
ISBN : 978-2-555-03347-4 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2026

## TABLE DES MATIÈRES

1.	Domaine d'application _____	1
2.	Principe et théorie _____	1
3.	Interférence _____	2
4.	Conservation _____	2
5.	Matériel et appareillage _____	2
6.	Réactifs et étalons _____	3
7.	Protocole d'analyse _____	8
	7.1 Préparation spéciale de la verrerie _____	8
	7.2 Préparation de l'échantillon _____	8
	7.3 Dosage _____	9
8.	Calcul et expression des résultats _____	9
9.	Critères d'acceptabilité _____	10
10.	Bibliographie _____	10

# 1. Domaine d'application

Cette méthode sert à déterminer les concentrations de métaux assimilables (Mehlich III) et le phosphore assimilable dans les échantillons solides.

Selon le Règlement sur les exploitations agricoles, certaines contraintes sur les épandages s'appliquent aux sols contenant des métaux et du phosphore. La teneur en phosphore est surveillée surtout pour ralentir l'eutrophisation des systèmes aquatiques.

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

Les limites de détection rapportées et le domaine d'application pour chacun des éléments se situent dans les limites suivantes :

Éléments	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Al	3.6 mg/kg	3.6 à 5 000 mg/kg
Ca	5,4 kg/ha	5,4 à 11 200 kg/ha
Cu	0,05 mg/kg	0,05 à 500 mg/kg
K	4.8 kg/ha	4.8 à 11 200 kg/ha
Mg	0.7 kg/ha	0.7 à 11 200 kg/ha
Mn	0,04 mg/kg	0,04 à 500 mg/kg
P	1,4 kg/ha	1,4 à 448 kg/ha
Zn	0.04 mg/kg	0.04 à 500 mg/kg

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

# 2. Principe et théorie

Dans un premier temps, l'échantillon solide est mis en contact avec une solution extractive (Mehlich III) pour solubiliser les métaux et le phosphore. Dans un deuxième temps, le dosage est effectué à l'aide d'un spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon (ICP-MS). L'échantillon est entraîné dans un plasma d'argon par l'intermédiaire d'une pompe péristaltique et d'un nébuliseur. Les éléments contenus dans l'échantillon sont atomisés et ionisés dans le plasma. Les ions produits sont introduits dans la chambre du spectromètre de masse, où ils sont dirigés par une série de plaques métalliques chargées, séparés par un quadropôle, et 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. Interférence

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

Un autre type d'interférence est la quantité totale de solides dissous présents dans l'échantillon analysé, qui ne doit pas dépasser environ 0,1 % (P/V). L'échantillon doit être dilué avant d'être dosé.

### 4. Conservation

Les échantillons sont prélevés dans un contenant de plastique ou de verre exempt de contaminants et un poids de 100 g d'échantillon est requis pour réaliser l'analyse

Les échantillons sont conservés selon les modalités suivantes :

Nature de l'échantillon	Conditions de conservation	Durée de conservation
Sol	<ul style="list-style-type: none"><li>Aucun agent</li><li>1 °C à 6 °C</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>6 mois entre le prélèvement et l'extraction</li><li>48 heures entre l'extraction et le dosage</li></ul>

### 5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement. Un modèle équivalent d'un autre fabricant peut également être utilisé.

- 5.1. Spectromètre de masse à source ionisante au plasma d'argon muni d'un échantillonneur automatique.
- 5.2. Étuve à 35 °C ± 5 °C et à 104 °C ± 1 °C.
- 5.3. Agitateur mécanique (environ 120 agitations/minute).
- 5.4. Cuillère calibrée de 3 cm<sup>3</sup> ± 0,1 cm<sup>3</sup>. La cuillère doit être calibrée en suivant la procédure indiquée dans la méthode pour la masse volumique (MA. 100 – Mas.Vol. 1,0).
- 5.5. Montage de filtration sous vide.
- 5.6. DigiTube en polypropylène de 50 ml.
- 5.7. DigiFiltre de 0,7 µm, de type « Glass Fiber for TCLP ».
- 5.8. Dispensette automatique

5.9. Diluteur automatique.

## 6. Réactifs et étalons

Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

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

À moins d'indication contraire, les solutions sont conservées indéfiniment à la température ambiante. Cependant, une nouvelle solution doit être préparée s'il y a un changement de couleur ou formation d'un précipité.

- 6.1. Acide acétique,  $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$  (n° CAS 64-19-7).
- 6.2. Acide chlorhydrique,  $\text{HCl}$  (n° CAS 7647-01-0).
- 6.3. Acide nitrique,  $\text{HNO}_3$  (n° CAS 7697-37-2).
- 6.4. Fluorure d'ammonium,  $\text{NH}_4\text{F}$  (n° CAS 12125-01-8).
- 6.5. Nitrate d'ammonium,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  (n° CAS 6484-52-2).
- 6.6. Acide éthylène diamine tétraacétate, EDTA (n° CAS 60-00-4).
- 6.7. Solution mère Mehlich III.

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

**NOTE : Conserver cette solution dans un contenant de plastique.**

- 6.8. Solution extractive Mehlich III.

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

**NOTE : Conserver cette solution dans un contenant de plastique.**

### Solutions étalons

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

- 6.9. Solution étalon d'antimoine.
- 6.10. Solution étalon d'aluminium.

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

6.38. Solution étalon de zinc.

6.39. Phosphate de potassium monobasique,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (n° CAS 7778-77-0).

6.40. Solution mère de phosphore de 10 000 mg/l P.

Dissoudre 4,394 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  préalablement séché à 104 °C dans environ 80 ml d'eau et compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve 2 ans.

6.41. Solution intermédiaire de phosphore de 500 mg/l P.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 5 ml de la solution étalon de phosphore de 10 000 mg/l P dans environ 80 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

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

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

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

Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène, introduire, à l'aide de pipettes, de micropipettes ou des deux, 2 ml de  $\text{HNO}_3$ , 1 ml de HCl, 500 µl des solutions étalons d'arsenic, d'étain et de sélénium de 1 000 mg/l et 500 µl de la solution étalon de plomb de 10 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.43. Solution mère commerciale 2, Be, Cd, Co, U de 5 mg/l et Al, B, Cr, Fe, K, Mg, Mn, Na, Sr, V, 50 mg/l.

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

6.45. Solution mère 4 de Cu et Zn 100 mg/l.

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 100 mg/l en Cu et Zn dans un milieu d'acide nitrique 2 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire, à l'aide de pipettes ou de micropipettes, 2 ml d'acide nitrique, 1 ml des solutions étalons de Cuivre et de Zinc de 10 000 mg/l. trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

6.46. Solution mère de métaux majeurs, Al, Fe, K, Mg, Na de 1 000 mg/l.

Préparer la solution de façon à obtenir une concentration finale de 1 000 mg/l en Al, Fe, K, Mg et Na 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, 2 ml de HNO<sub>3</sub>, 10 ml des solutions étalons d'aluminium, de fer, de potassium, de magnésium et de sodium de 10 000 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 an.

#### 6.47. Solutions étalons combinées de métaux.

Le tableau suivant donne les concentrations à obtenir pour chaque métal ainsi qu'un exemple des volumes des solutions mères 1, 2, 3, 4 métaux majeurs, de solution étalon de calcium de 1 000 mg/l, d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique à utiliser.

Mix	Élément	Conc. finale (mg/l)	Volume solution mère 1 (ml)	Volume solution mère 2 (ml)	Volume solution métaux majeurs (ml)	Volume solution mère 3 (ml)	Volume solution mère 4 (ml)	Volume solution calcium 1 000 mg/l (ml)	Volume HCl (ml)	Volume HNO <sub>3</sub> (ml)	Volume final (ml)
0	Tous les métaux	0	0	0	0	0	0	0	1	2	100
1,1	Al, Fe, K, Mg, Na B, Cr, Mn, Pb, Sr, V, As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	0,5 0,05 0,005	0,1	0,1	0,045	0	0	0	1	2	100
1,2	Al, Fe, K, Mg, Na B, Cr, Mn, Pb, Sr, V, As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	5 0,5 0,05	1	1	0,45	0	0	0	1	2	100
1,3	Al, Fe, K, Mg, Na B, Cr, Mn, Pb, Sr, V, As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	20 2 0,2	4	4	1,8	0	0	0	1	2	100
1,4	Al, Fe, K, Mg, Na B, Cr, Mn, Pb, Sr, V, As, Be, Cd, Co, Se, Sn, U	50 5 0,5	10	10	4,5	0	0	0	1	2	100
2,1	Ca Ba, Cu, Zn Ag, Mo, Sb	0,5 0,05 0,005	0	0	0	0,1	0,05	0,045	0	2	100
2,2	Ca Ba, Cu, Zn Ag, Mo, Sb	5 0,5 0,05	0	0	0	1	0,5	0,45	0	2	100
2,3	Ca	20	0	0	0	4	2	1,8	0	2	100

Mix	Élément	Conc. finale (mg/l)	Volume solution mère 1 (ml)	Volume solution mère 2 (ml)	Volume solution métaux majeurs (ml)	Volume solution mère 3 (ml)	Volume solution mère 4 (ml)	Volume solution calcium 1 000 mg/l (ml)	Volume HCl (ml)	Volume HNO <sub>3</sub> (ml)	Volume final (ml)
	Ba, Cu, Zn Ag, Mo, Sb	2 0,2									
2,4	Ca Ba, Cu, Zn Ag, Mo, Sb	50 5 0,5	0	0	0	10	5	4,5	0	2	100

Ces solutions se conservent 4 mois.

#### 6.48. Solutions étalons de phosphore.

Le tableau suivant donne les concentrations à obtenir pour le phosphore ainsi qu'un exemple des volumes de la solution intermédiaire de phosphore de 500 mg/l à utiliser.

Solution étalon	Élément	Conc. finale (mg/l)	Volume solution intermédiaire phosphore 1 000 mg/l (ml)	Volume final (ml)	Volume HNO <sub>3</sub> (ml)	Volume HCl (ml)
1	P	0	0	100	2	1
2	P	0,1	0,02	100	2	1
3	P	0,5	0,1	100	2	1
4	P	1	0,2	100	2	1
5	P	2	0,4	100	2	1

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

#### Réactifs pour l'instrument

#### 6.49. Solution d'acide nitrique d'environ 2 % (V/V) et acide chlorhydrique 1 % (V/V).

Dans un contenant de 4 litres, diluer 80 ml de HNO<sub>3</sub> et 40 ml de HCl dans environ 2 000 ml d'eau et compléter à 4 litres avec de l'eau. Cet acide est également utilisé pour diluer les échantillons et comme solution de rinçage au ICP.

6.50. Solution de standards internes de 1 mg/l en Sc, Y et Pr.

Dans un contenant de plastique jaugé à 1 000 ml, introduire, à l'aide d'une pipette, 1 ml des solutions étalons de scandium, d'yttrium et de praséodymium de 1 000 mg/l et 10 ml de HNO<sub>3</sub>. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.51. Solution mère de calibration.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 1 ml des solutions étalons de 1 000 mg/l de cérium, de cobalt, de lithium, de thallium et d'yttrium et 1 ml d'acide nitrique. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.52. Solution de calibration.

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

## 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 de la verrerie

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

### 7.2 Préparation de l'échantillon

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

**NOTE : Aucun séchage ni broyage n'est nécessaire pour les échantillons destinés à des essais d'aptitude.**

- Ajouter 1 cuillère de 3 cm<sup>3</sup> de sol dans un Digi tube de 50 ml.

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

- Ajouter 30 ml de la solution extractive Mehlich III. Boucher et agiter pendant 5 minutes avec un agitateur mécanique (environ 120 agitations/minute).

**NOTE : Un volume de solide différent peut être utilisé, mais il faut toujours conserver le rapport solide/liquide de 1:10.**

- Filtrer à l'aide d'un filtre vissé de 0,7 µm de type « Glass Fiber for TCLP », le plus rapidement possible.

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

### 7.3 Dosage

L'étalonnage de l'instrument est fait quotidiennement.

- L'échantillon est analysé par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon.
- Les échantillons sont dilués au minimum par un facteur de 10 avant le dosage.

## 8. Calcul et expression des résultats

Les courbes d'étalonnage (courbes quadratiques) sont obtenues à partir de la mesure de la quantité d'ions captés pour chacune des masses lors de l'analyse des différentes solutions étalons. Les résultats sont obtenus et traités par un système informatisé de traitement de données.

Les résultats sont exprimés en mg/kg (base sèche) de chacun des métaux assimilables et du phosphore assimilable d'après l'équation suivante.

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

où

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

Les résultats sont exprimés en kg/ha (base sèche) de chacun des métaux assimilables et du phosphore assimilable d'après l'équation suivante :

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

où

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

## 9. Critères d'acceptabilité

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

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Matériaux de référence	Critères définis par le responsable désigné.
Duplicatas et répliqués	$\leq 30 \%$ lorsque les résultats sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
Étalons de contrôle	$\leq 15 \%$ .
Blanc	Ne doit pas avoir une concentration supérieure à la solution ayant la concentration la plus faible.
Courbe d'étalonnage	Facteur de corrélation $> 0,995$ .

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

**NOTE : Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.**

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

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination de la masse volumique d'un sol agricole : méthode gravimétrique*, MA. 100 – Mas.Vol. 1,0, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec.

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

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



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

**Québec** 