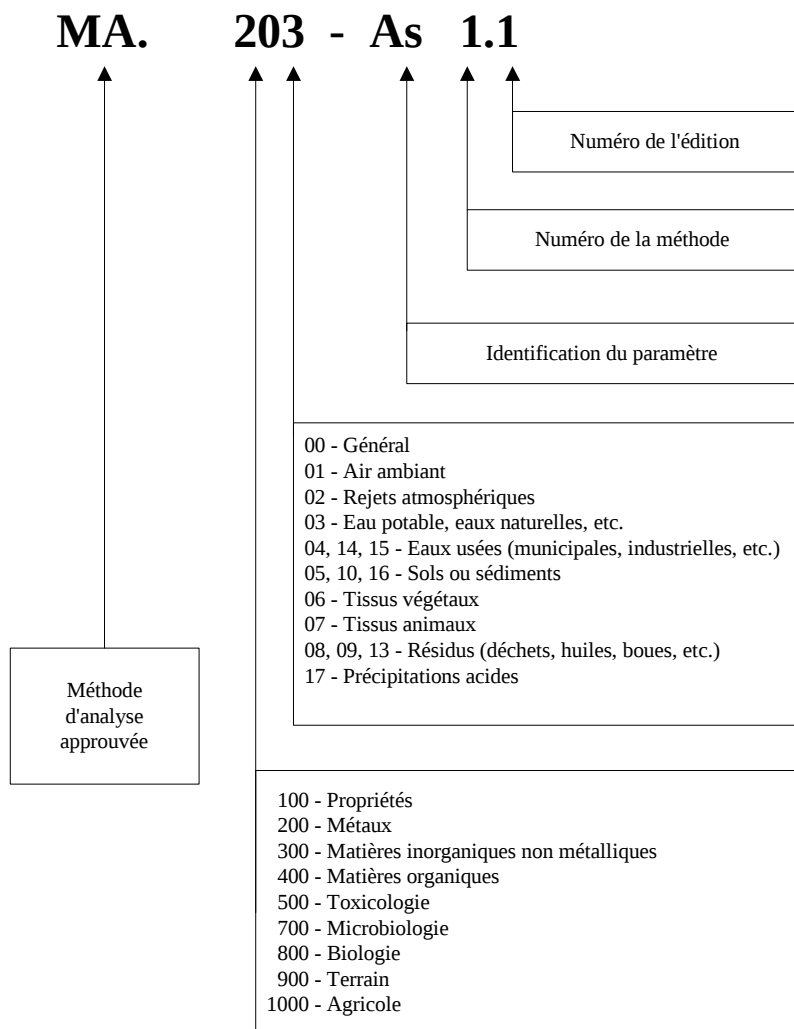


MA. 205 – Mét/P/S 1.0
Édition : 2003-12-11

Méthode d'analyse

Détermination des métaux, des oligoéléments, du phosphore et du soufre par les méthodes d'extraction Mehlich-III, extraction du bore à l'eau chaude et dosage par spectrométrie d'émission au plasma d'argon

Exemple de numérotation :



Historique de la méthode

Cette méthode a été écrite pour déterminer la concentration des métaux et oligoéléments extractibles dans les sols en utilisant la méthode universelle d'extraction Mehlich-III.

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, des oligoéléments, du phosphore et du soufre par les méthodes d'extraction Mehlich-III, extraction du bore à l'eau chaude et dosage par spectrométrie d'émission au plasma d'argon, MA. 205 – Mét/P/S 1.0, 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	8
3.1. Interférence	8
3.2. Limite de détection	9
3.3. Limite de quantification	9
3.4. Sensibilité	10
3.5. Fidélité	10
3.6. Justesse	11
3.7. Pourcentage de récupération	12
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	12
5. APPAREILLAGE	12
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	13
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	16
7.1. Préparation spéciale de la verrerie	17
7.2. Préparation de l'échantillon (extraction Mehlich)	17
7.3. Préparation de l'échantillon (extraction du bore à l'eau chaude)	17
7.4. Dosage	18
8. CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	18
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	18
10. BIBLIOGRAPHIE	19

INTRODUCTION

Cette méthode s'applique à la détermination des métaux et oligoéléments dans les sols par spectrométrie d'émission au plasma d'argon (ICP) après extraction des éléments par la méthode universelle d'extraction Mehlich-III.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Le tableau suivant donne un aperçu général des concentrations minimales et maximales des éléments en solution pouvant être dosés directement par l'appareil et de ces mêmes concentrations reportées à l'échantillon en fonction du poids utilisé.

Élément	Longueur d'onde (nm)	Limite inférieure		Limite supérieure	
		mg/l	mg/kg	mg/l	mg/kg
Al	308,215	0,07	0,69	600	6 000
B eau chaude	249,772	0,002	0,01	60	600
B	249,772	0,002	0,01	60	600
Cu	324,752	0,007	0,01	100	1 000
Fe	238,204	0,008	0,01	100	1 000
Mn	257,610	0,006	0,06	100	1 000
Na	589,592	0,04	0,44	100	1 000
S	180,669	0,03	0,30	100	1 000
Zn	213,857	0,025	0,25	100	1 000
		mg/l	kg/ha	mg/l	kg/ha
Ca	317,933	0,13	2,9	600	12 000
K	766,490	0,07	1,6	100	2 000
Mg	279,077	0,008	0,18	100	2 000
P	178,222	0,03	0,67	100	2 000

2. PRINCIPE ET THÉORIE

La méthode Mehlich-III a été élaborée en 1984 par Mehlich dans le but d'extraire plusieurs éléments nutritifs du sol. La solution extractive est constituée d'un mélange qui a les composantes suivantes :

- de l'acide acétique, qui prévient la précipitation du calcium en fluorures de calcium;
- du nitrate d'ammonium, facilitant l'extraction des cations basiques tels le calcium, le magnésium, le sodium et le potassium;
- du fluorure d'ammonium, facilitant l'extraction du fer et du phosphate d'aluminium;
- de l'acide d'éthylène diamine tétraacétique (EDTA), lequel agit comme chélateur auprès des micronutriments.

Cette méthode permet d'extraire des éléments minéraux échangeables (potassium, calcium, magnésium, sodium) de même que des oligoéléments (aluminium, cuivre, zinc, manganèse, bore et fer). Elle sert également pour déterminer le phosphore disponible et le soufre.

Afin de se conformer à l'évaluation de la performance analytique du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec pour les sols agricoles, le bore soluble est déterminé par une extraction à l'eau chaude du sol.

Le dosage est effectué avec un spectromètre à émission au plasma 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. Ces espèces sont soumises au champ magnétique créé dans la bobine d'induction. Les électrons sont accélérés dans le champ magnétique et produisent un courant induit. Avec les ions, ils produisent 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. Ils émettent des photons (énergie lumineuse) à des longueurs d'onde qui leur sont spécifiques. La lumière émise est séparée par un réseau dispersif et son intensité est mesurée à l'aide d'un détecteur. Les concentrations des éléments en solution sont déterminées en comparant les intensités lumineuses respectives de l'échantillon et des solutions étalons. Les résultats sont par la suite reportés à l'échantillon en mg/kg, ou kg/ha, selon l'élément.

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 interéléments et le déplacement du fond spectral. Elles sont corrigées à l'aide d'un programme informatique nommé MSF (*Multicomponent Spectral Fitting*).

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection de la méthode (LDM), calculée pour $n = 10$ pour chaque élément, est présentée dans le tableau suivant.

Éléments	Limite de détection (mg/kg)
Al	0,69
B eau chaude	0,01
B	0,01
Cu	0,01
Fe	0,01
Mn	0,06
Na	0,44
S	0,30
Zn	0,25
Éléments	Limite de détection (kg/ha)
Ca	2,9
K	1,5
Mg	0,18
P	0,67

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification de la méthode (LQM), calculée pour $n = 10$ pour chaque élément, est présentée dans le tableau suivant.

Éléments	Limite de quantification (mg/kg)
Al	2,3
B eau chaude	0,02
B	0,02
Cu	0,02
Fe	0,03
Mn	0,19
Na	1,5
S	0,9
Zn	0,83
Éléments	Limite de quantification (kg/ha)
Ca	8,7
K	5,1
Mg	0,54
P	2,1

3.4. SENSIBILITÉ

La sensibilité de la méthode pour chaque élément est présentée dans le tableau suivant.

Éléments	Sensibilité (unité d'intensité/mg/l)
Al	$6,5 \times 10^2$
B eau chaude	$82,8 \times 10^4$
B	$8,6 \times 10^3$
Cu	$9,0 \times 10^3$
Fe	$9,0 \times 10^2$
Mn	$1,3 \times 10^4$
Na	$1,1 \times 10^4$
S	$6,3 \times 10^2$
Zn	$7,7 \times 10^2$
Éléments	Sensibilité (unité d'intensité/kg/l)
Ca	$5,6 \times 10^3$
K	$4,3 \times 10^3$
Mg	$4,4 \times 10^2$
P	$2,6 \times 10^2$

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures (n = 10) est présentée dans le tableau suivant.

Éléments	Répliquabilité (mg/kg)	Concentration (mg/kg)
Al	± 13	640
B eau chaude	$\pm 0,32$	0,03
B	$\pm 0,005$	0,252
Cu	$\pm 0,02$	0,48
Fe	± 6	206
Mn	$\pm 1,02$	9,67
Na	$\pm 0,15$	9,60
S	$\pm 0,15$	8,81
Zn	$\pm 0,07$	0,90
Éléments	Répliquabilité (kg/ha)	Concentration (kg/ha)
Ca	± 44	2008
K	$\pm 1,14$	50,6
Mg	$\pm 2,80$	160
P	$\pm 0,330$	16,8

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures (n = 10) est présentée dans le tableau suivant.

Éléments	Répétabilité (mg/kg)	Concentration (mg/kg)
Al	± 21	902
B eau chaude	± 0,29	0,03
B	± 0,022	0,267
Cu	± 0,037	0,519
Fe	± 9,4	212
Mn	± 1,0	9,29
Na	± 2,4	11,8
S	± 2,00	13,3
Zn	± 0,11	1,01
Éléments	Répétabilité (kg/ha)	Concentration (kg/ha)
Ca	± 101	2116
K	± 3,2	53,6
Mg	± 25	180
P	± 0,33	16,8

3.6. JUSTESSE

La justesse d'une série de mesures (n = 10) est présentée dans le tableau suivant.

Éléments	Justesse (%)	Concentration (mg/kg)
Al	99	902
B eau chaude	93	0,63
B	95	0,27
Cu	91	6,35
Fe ¹	n.a.	n.a.
Mn	98	18,5
Na ¹	n.a.	n.a.
S ¹	n.a.	n.a.
Zn	97	1,01
Éléments	Justesse (%)	Concentration (kg/ha)
Ca	100	2116
K	96	53,6
Mg	97	170
P	98	319

n.a. : non applicable

¹ Non applicable car aucun matériau de référence certifié n'existe pour ces composés afin d'effectuer ce calcul, tel qu'exigé dans le document DR-12-VMC « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Le pourcentage de récupération d'une série de mesures (n = 10) est présentée dans le tableau suivant.

Éléments	Récupération (%)	Concentration (mg/kg)
Al	n.d.	n.d.
B eau chaude	75	0,20
B	n.d.	n.d.
Cu	n.d.	n.d.
Fe	n.d.	n.d.
Mn	n.d.	n.d.
Na	96	5,13
S	n.d.	n.d.
Zn	n.d.	n.d.
Éléments	Récupération (%)	Concentration (kg/ha)
Ca	n.d.	n.d.
K	104	19,3
Mg	n.d.	n.d.
P	n.d.	n.d.

n.d. : non disponible

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique. 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 de marque Perkin Elmer, modèle Optima 3000 DV (ICP-OES)
- 5.2. Chambre de nébulisation Scott
- 5.3. Nébuliseur Gem Tips
- 5.4. Contrôleur d'échantillonneur de marque Perkin Elmer, modèle AS90/AS91
- 5.5. Échantillonneur de marque Perkin Elmer, modèle AS90
- 5.6. Pompe péristaltique de marque Perkin Elmer (3 tubes)

- 5.7. Recirculateur d'eau de marque Neslab, modèle CFT-33
- 5.8. Micro-ordinateur de marque Digital, modèle Venturis Fx-5100
- 5.9. Écran de marque Digital
- 5.10. Imprimante à laser de marque Lexmark, modèle Optra E
- 5.11. Logiciel d'exploitation ICP Winlab 32 de marque Perkin Elmer
- 5.12. Tamis, 2 mm
- 5.13. Balance analytique de marque Denver Instrument Company, modèle AL-300
- 5.14. pH-mètre de marque Accumet, modèle 520, Digital pH/ion meter
- 5.15. Plaque chauffante Corning, modèle PC-351
- 5.16. Verrerie en polypropylène (PP) ou polyéthylène à haute densité (HDPE)
- 5.17. Agitateur rotatif de marque Lab-Line Orbit, Environ-Shaker 18, n° 3527
- 5.18. Filtres Whatman n° 40

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.

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. Argon (CAS n° 7440-37-1)
- 6.2. Acide acétique (CAS n° 64-19-7)
- 6.3. Acide nitrique (CAS n° 7697-37-2)
- 6.4. Nitrate d'ammonium (CAS n° 6484-52-2)
- 6.5. Fluorure d'ammonium (CAS n° 12125-01-8)
- 6.6. Acide d'éthylène diamine tétraacétique (EDTA) (CAS n° 60-00-4)
- 6.7. Chloramine-T (CAS n° 7080-50-4)
- 6.8. Solution étalon d'aluminium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.9. Solution étalon de bore de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)

- 6.10. Solution étalon de phosphore de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.11. Solution étalon de fer de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.12. Solution étalon de sodium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.13. Solution étalon de zinc de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.14. Solution étalon de cuivre de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.15. Solution étalon de potassium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.16. Solution étalon de magnésium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.17. Solution étalon de manganèse de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.18. Solution étalon de calcium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.19. Solution étalon de soufre de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.20. Solution d'acide nitrique 10 %

Dans une fiole volumétrique de 100 ml, contenant environ 50 ml d'eau, ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré (cf. 6.3). Mélanger et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- 6.21. Solution d'acide nitrique 2 %

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 20 ml d'acide nitrique concentré (cf. 6.3). Mélanger et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

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

Remplir une bouteille de 4 l munie d'un robinet avec de l'eau distillée et ajouter 1,0 g de chloramine-T (cf. 6.7). Cette solution peut être conservée durant un mois.

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

- 6.23. Solution mère Mehlich-III (NH_4F 1,5 M + EDTA 0,1 M)

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml en polypropylène (PP), dissoudre 55,56 g de fluorure d'ammonium (cf. 6.5) dans 600 ml d'eau. Ajouter 29,23 g d'éthylène diamine tétraacétique acide (cf. 6.6), dissoudre et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Conserver dans un contenant en plastique pour une durée de 1 an.

6.24. Solution extractive Mehlich-III

Dans un contenant de 10 litres en polypropylène (PP) (ou plastique), mettre environ 7 litres d'eau, ajouter 200,1 g de nitrate d'ammonium (*cf.* 6.4), 100 ml de la solution mère Mehlich-III (*cf.* 6.23), 115 ml d'acide acétique (*cf.* 6.2), 82 ml d'acide nitrique 10 % (*cf.* 6.20), dissoudre et compléter à 10 l avec de l'eau. Cette solution peut être conservée durant un an.

6.25. Solution concentrée de matrice

Dans un ballon de 500 ml en polypropylène (PP) contenant environ 400 ml d'eau, ajouter 100,05 g de nitrate d'ammonium (*cf.* 6.4). Dissoudre à l'aide d'un bain-marie. Ajouter 50 ml de la solution mère Mehlich-III (*cf.* 6.23), 57,5 ml d'acide acétique (*cf.* 6.2) et 41 ml d'acide nitrique 10 % (*cf.* 6.20). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée durant six mois.

6.26. Solutions étalons mères

Toutes les solutions étalons mères se conservent durant un an.

6.26.1 Étalon mère n° 1 (B, 10 mg/l, P et S, 100 mg/l)

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en polypropylène (PP), à l'aide de pipettes volumétriques, ajouter 1 ml de l'étalon de bore 1 000 mg/l (*cf.* 6.9), 10 ml de l'étalon de phosphore de 1 000 mg/l (*cf.* 6.10) et 10 ml de l'étalon de soufre de 1 000 mg/l (*cf.* 6.19). Mélanger et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide nitrique 2 % (*cf.* 6.21).

6.26.2 Étalon mère n° 2 (Fe, Na et Zn, 100 mg/l)

Dans une fiole volumétrique de 100 ml, à l'aide de pipettes volumétriques, ajouter 10 ml de chacun des étalons de fer 1 000 mg/l (*cf.* 6.11), de sodium 1 000 mg/l (*cf.* 6.12) et de zinc 1 000 mg/l (*cf.* 6.13). Mélanger et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide nitrique 2 % (*cf.* 6.21).

6.26.3 Étalon mère n° 3 (Cu, K, Mg et Mn, 100 mg/l)

Dans une fiole volumétrique de 100 ml, à l'aide de pipettes volumétriques, ajouter 10 ml de chacun des étalons de cuivre 1 000 mg/l (*cf.* 6.14), de potassium 1 000 mg/l (*cf.* 6.15), de magnésium 1 000 mg/l (*cf.* 6.16) et de manganèse 1 000 mg/l (*cf.* 6.17). Mélanger et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide nitrique 2 % (*cf.* 6.21).

6.27. Étalons de travail

Toutes les solutions étalons de travail se conservent durant six mois.

6.27.1 Blanc

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en polypropylène (PP) contenant environ 50 ml d'eau, ajouter à l'aide d'une pipette Epperdoff 10 ml de la solution concentrée de matrice (cf. 6.25). Mélanger et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.27.2 Étalon de travail n° 1

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en polypropylène (PP) contenant environ 50 ml d'eau, ajouter à l'aide d'une pipette Epperdoff 10 ml de la solution concentrée de matrice (cf. 6.25) et pipetter 10 ml de l'étalon mère n° 1 (cf. 6.26.1). Mélanger et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.27.3 Étalon de travail n° 2

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en polypropylène (PP) contenant environ 50 ml d'eau, ajouter à l'aide d'une pipette Epperdoff 10 ml de la solution concentrée de matrice (cf. 6.25) et pipetter 10 ml de l'étalon mère n° 2 (cf. 6.26.2). Mélanger et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.27.4 Étalon de travail n° 3 (avec ajout de l'étalon de calcium)

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en polypropylène (PP) contenant environ 50 ml d'eau, ajouter à l'aide d'une pipette Epperdoff 10 ml de la solution concentrée de matrice (cf. 6.25) et pipetter 10 ml de l'étalon mère n° 3 (cf. 6.26.3), puis 10 ml de l'étalon de calcium 1 000 mg/l (cf. 6.18). Mélanger et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.27.5 Étalon de travail n° 4 (étalon d'aluminium)

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en polypropylène (PP) contenant environ 50 ml d'eau, ajouter à l'aide d'une pipette Epperdoff 10 ml de la solution concentrée de matrice (cf. 6.25) et pipetter 10 ml de l'étalon d'aluminium 1 000 mg/l (cf. 6.8). Mélanger 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.

7.1. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Note – S’assurer en tout temps que la verrerie est en PP, LDPE ou HDPE et qu’elle est décontaminée.

- Au préalable, laver la vaisselle de polymère à l’aide du savon Extran 300 ou tout autre savon sans phosphate ou métaux servant à la décontamination de la vaisselle de laboratoire.
- Rincer 7 fois la verrerie à l’aide de l’eau.
- Procéder à l’étape de décontamination en faisant tremper les erlenmeyers et entonnoirs dans une solution d’acide chlorydrique 2 % pour une période de 36 heures.
- Rincer à l’eau et sécher.

7.2. PRÉPARATION DE L’ÉCHANTILLON (extraction Mehlich)

- Sécher une partie de l’échantillon à 37 °C.
- Tamiser une partie de l’échantillon séché sur un tamis de 2 mm. La portion de l’échantillon dont les particules ont un diamètre supérieur à 2 mm peut être rejetée.
- Peser 3,0 g de sol tamisé dans un erlenmeyer (PP, LDPE ou HDPE) de 125 ml.
- Ajouter 30 ml de la solution extractive Mehlich-III (cf. 6.24).
- Agiter immédiatement pour une période de 5 minutes sur l’agitateur rotatif (120 tr/min).
- Filtrer sur un filtre Whatman n° 40 et recueillir le filtrat dans un tube en HDPE de 50 ml. Analyser selon la méthode décrite en 7.4.

7.3. PRÉPARATION DE L’ÉCHANTILLON (extraction du bore à l’eau chaude)

Note – S’assurer en tout temps que la verrerie est en PP, LDPE ou HDPE et qu’elle est décontaminée.

- Sécher une partie de l’échantillon à 37 °C.
- Tamiser une partie de l’échantillon séché sur un tamis de 2 mm. La portion de l’échantillon dont les particules ont un diamètre supérieur à 2 mm peut être rejetée.
- Peser 25 g de sol tamisé dans un erlenmeyer (PP, LDPE ou HDPE) de 125 ml.
- Ajouter 50 ml d’eau. Peser le tout et noter la masse.
- Agiter, recouvrir d’un verre de montre en téflon et chauffer à ébullition pendant 5 minutes.

- Après ébullition, peser le tout et réajuster la masse à l'aide de l'eau afin de compenser les pertes causées par l'évaporation.
- Laisser refroidir de 5 à 10 minutes. Filtrer sur un filtre Whatman no° 40 (ou l'équivalent) et recueillir le filtrat dans un tube en HDPE. Si nécessaire, centrifuger pendant 15 minutes à 2 000 tr/min. Analyser selon la méthode décrite en 7.4.

7.4. DOSAGE

Le dosage des métaux et oligoéléments s'effectue directement sur les filtrats des extraits de sols à l'aide d'un spectromètre d'émission au plasma d'argon de marque (ICP-OES) Perkin Elmer, modèle Optima 3000 DV. La chambre de nébulisation Scott et le nébuliseur Gem Tips sont utilisés.

Au besoin, les échantillons sont dilués afin de respecter les limites supérieures de l'instrument.

8. CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

$$C_1 = \frac{A \times F \times B}{D \times E}$$

ou, selon la formule suivante, lorsqu'on doit exprimer les résultats en kg/ha :

$$C_2 = \frac{A \times F \times B}{D \times E} \times K$$

où

- C₁ : Concentration de l'élément dans l'échantillon (mg/kg);
- C₂ : Concentration de l'élément dans l'échantillon (kg/ha);
- A : concentration de l'élément dans la solution dosée (mg/l);
- B : volume final de la solution dosée (ml);
- D : volume d'échantillon utilisé (g);
- E : densité volumique (g/cm³);
- K : facteur de conversion égal à 2,24, pour convertir les résultats en kg/ha;
- 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 trois fois la limite de détection.

L'étalonnage est accepté si la concentration des échantillons de contrôle de l'étalonnage se situe entre les 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 trois 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

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

INSTITUT DE RECHERCHE ET DE DÉVELOPPEMENT EN AGROENVIRONNEMENT, Détermination du P assimilable, des cations échangeables et des oligo-éléments du sol par la méthode Mehlich-3 et dosage ICAP, IRDA-AS-208-RO, 1999.

CONSEIL DES PRODUCTIONS VÉGÉTALES DU QUÉBEC, Détermination des minéraux et oligo-éléments par la méthode Mehlich, Agdex 533, juin 1999.