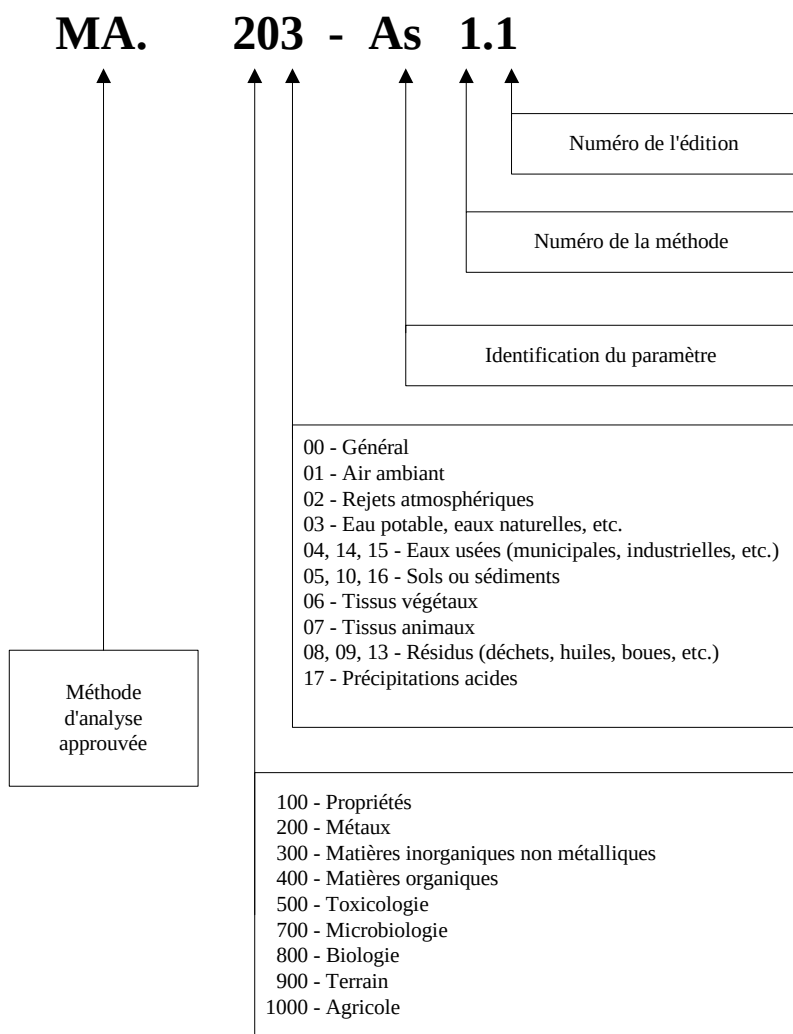


MA. 205 – Mét/P 1.0
Édition : 2003-12-11

Méthode d'analyse

Détermination des métaux et du phosphore dans les
sédiments : méthode par spectrométrie d'émission
au plasma d'argon après minéralisation acide

Exemple de numérotation :



Historique de la méthode

Ce document constitue la première édition de cette méthode. Elle remplace la méthode MENVIQ 87.09/205 – Mét 1.1, intitulée « Sédiments – Détermination des métaux par spectrométrie d'émission au plasma d'argon », publiée en 1987.

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 et du phosphore dans les sédiments : méthode par spectrométrie au plasma d'argon après minéralisation acide, MA. 205 – Mét/P 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2003, 18 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	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. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	9
5. APPAREILLAGE	9
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	10
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	12
7.1. Préparation du matériel	12
7.2. Préparation des échantillons	12
7.3. Minéralisation des échantillons	12
7.4. Dosage	13
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	13
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	14
10. BIBLIOGRAPHIE	14
ANNEXE 1	15

INTRODUCTION

La présence de métaux dans l'environnement est causée principalement par l'action des agents atmosphériques et de l'eau sur les roches et les sédiments, le lessivage des sols et les rejets industriels. Plusieurs métaux présentent un intérêt pour l'environnement, car ils peuvent avoir des effets bénéfiques ou toxiques. Un métal, selon sa concentration, peut être à la fois essentiel et dangereux.

Certains métaux sont indispensables à la croissance des plantes et des animaux (Fe, Cu, Zn entre autres); parfois, la concentration et la nature de l'élément absorbé sont spécifiques à la plante ou à l'animal. Lorsque la concentration d'un élément est supérieure à la capacité d'absorption de l'espèce présente dans le milieu, cet élément peut devenir toxique pour l'espèce et pour le milieu dans lequel elle évolue. Des concentrations anormalement élevées d'éléments métalliques permettent ainsi d'identifier, d'éliminer ou de limiter les sources de pollution dans l'environnement.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer les métaux dans les sédiments. Le tableau 1 de l'annexe 1 montre les concentrations minimales et maximales qui peuvent être dosées directement par l'appareil pour plusieurs métaux. Le domaine d'application peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Dans une première étape, l'échantillon est minéralisé à chaud avec de l'acide chlorhydrique et de l'acide nitrique. L'échantillon est filtré et le dosage est ensuite 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, et qui produisent aussi l'atomisation, l'excitation et l'ionisation. L'échantillon est entraîné dans ce plasma. Les métaux sont atomisés à des températures pouvant atteindre 10 000 K et émettent de l'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 solide à canaux multiples.

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.

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 ».

L'appareil permet des lectures selon l'orientation axiale ou radiale du plasma. Les données qui ont servi aux calculs de la fiabilité de cette méthode correspondent à la position radiale.

3.1. INTERFÉRENCE

Les interférences les plus fréquentes sont les interférences interéléments et les déplacements 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) pour chaque élément est indiquée dans le tableau 2 de l'annexe 1.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification de la méthode (LQM) pour chaque élément est indiquée dans le tableau 2 de l'annexe 1.

3.4. SENSIBILITÉ

La sensibilité de la méthode (LQM) pour chaque élément est indiquée dans le tableau 2 de l'annexe 1.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures ($n = 10$) pour chaque élément est indiquée dans le tableau 2 de l'annexe 1.

3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures ($n = 10$) pour chaque élément est indiquée dans le tableau 2 de l'annexe 1.

3.6. JUSTESSE

Lors d'essais ($n = 10$), la justesse présentée dans le tableau 3 à l'annexe 1 a été obtenue pour chaque élément.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essais (n = 10), la récupération présentée dans le tableau 3 à l'annexe 1 a été obtenue pour chaque élément.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de verre ou de plastique exempt de contaminant. Le contenant doit être préalablement rincé avec de l'acide nitrique 50 % (V/V), puis avec de l'eau.

L'échantillon non traité est conservé 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
- 5.2. Chambre de nébulisation Scott
- 5.3. Nébuliseur Gem Tips
- 5.4. Module de contrôle de l'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 DELL, modèle OptiPlex GX1
- 5.9. Écran de marque NOKIA
- 5.10. Imprimante à laser de marque Lexmark, modèle Optra E
- 5.11. Tubes de 15 ml en polypropylène (PP) de forme conique
- 5.12. Tubes pour la pompe péristaltique : un tube noir-noir (0,32 ml/min) pour la prise d'échantillon, un tube rouge-rouge (0,80 ml/min) pour le retour du nébuliseur et un tube rouge-rouge (0,80 ml/min) pour l'alimentation de l'eau de rinçage
- 5.13. Logiciel d'exploitation ICP WinLab32 de marque Perkin Elmer

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. Argon (CAS n° 7440-37-1)
- 6.2. Acide nitrique (qualité métal trace), HNO_3 (CAS n° 7607-37-2)
- 6.3. Acide chlorhydrique (qualité métal trace), HCl (CAS n° 7647-01-1)
- 6.4. Chloramine-T (CAS n° 7080-50-4)
- 6.5. Solution étalon d'aluminium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.6. Solution étalon d'aluminium de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.7. Solution étalon de baryum de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.8. Solution étalon de béryllium 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 calcium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.11. Solution étalon de calcium de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.12. Solution étalon de cadmium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.13. Solution étalon de chrome de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.14. Solution étalon de cobalt de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.15. Solution étalon de cuivre de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.16. Solution étalon de fer de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.17. Solution étalon de fer de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.18. Solution étalon de potassium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.19. Solution étalon de magnésium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.20. Solution étalon de magnésium de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal)

- 6.21. Solution étalon de manganèse de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.22. Solution étalon de molybdène de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.23. Solution étalon de sodium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.24. Solution étalon de sodium de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.25. Solution étalon de nickel de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.26. Solution étalon de plomb de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.27. Solution étalon de phosphore de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.28. Solution étalon de vanadium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.29. Solution étalon de zinc de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal)
- 6.30. Alcool amylique
- 6.31. Solution de décontamination, HNO_3 , 20 % V/V

Dans un contenant de plastique, diluer 1 volume de HNO_3 concentré (cf. 6.2) dans 4 volumes d'eau.

- 6.32. Solution de lavage, HNO_3 , 0,2 % V/V

Dans une fiole volumétrique de 2 000 ml contenant 500 ml d'eau, ajouter 4 ml de HNO_3 concentré (cf. 6.2) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- 6.33. 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. 6.4).

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

- 6.34. Solution de lavage des filtres, HNO_3 , 2,0 % V/V et de HCl , 6 % V/V

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml contenant 500 ml d'eau, ajouter 20 ml de HNO_3 concentré (cf. 6.2) et 60 ml de HCl concentré (cf. 6.3) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- 6.35. Solutions étalons des méthodes multiéléments

Dans des fioles volumétriques de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, introduire, à l'aide de pipettes, les volumes de solutions étalons de 1 000 mg/l ou 10 000 mg/l des analytes mentionnés au tableau 4 de l'annexe 1. Ajouter par la suite 20,0 ml de HNO_3

concentré (cf. 6.2) et 60,0 ml de HCl concentré (cf. 6.3) et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Préparer une solution témoin (blanc) avec seulement les acides.

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 DU MATÉRIEL

La verrerie utilisée est laissée une nuit à tremper dans une solution de HNO₃ 20 % (cf. 6.31) puis rincée avec de l'eau déminéralisée. Les tamis utilisés sont décontaminés par un rinçage avec du HNO₃ 20 % (cf. 6.31) et avec de l'eau ultra-pure. Ils sont par la suite séchés à l'air libre dans une salle propre. Le matériel utilisé pour le dosage des échantillons est jeté après chaque usage.

7.2. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

- Sécher l'échantillon à 60 °C. Défaire les agrégats, sans toutefois briser la matrice ultime. Passer l'échantillon par un tamis de plastique ou de nylon décontaminé dont l'ouverture est de 2 mm.
- Par la suite, passer l'échantillon par un tamis de plastique ou de nylon décontaminé dont l'ouverture est de 180 µm (80 mailles).
- Seule la fraction passant par le tamis de 180 µm (80 mailles) est analysée.

7.3. MINÉRALISATION DES ÉCHANTILLONS

- Peser environ 0,5 g d'échantillon dans des tubes en pyrex étalonnés à 25 ml et noter précisément le poids. Ajouter 1,5 ml de HNO₃ concentré (cf. 6.2) et agiter. Laisser reposer 2 heures à la température ambiante.
- Ajouter, par portions successives, 4,5 ml de HCl concentré (cf. 6.3) et agiter (s'il y a formation de mousse, ajouter 2 gouttes d'alcool amylique (cf. 6.30)). Laisser réagir 1 heure à la température de la pièce.
- Transférer les tubes dans le bloc à digestion BD-40. Augmenter progressivement la température entre 90 °C et 100 °C. Laisser à cette température pendant toute une nuit, de façon que le contenu des tubes soit sec. Laisser refroidir.

- Dissoudre le contenu des tubes avec 0,5 ml de HNO₃ concentré (cf. 6.2) et 1,5 ml HCl concentré (cf. 6.3). Rincer les parois avec environ 10 ml d'eau, puis chauffer pendant 1 heure entre 90 °C et 100 °C avec le bloc à digestion.
- Laisser refroidir à la température ambiante et compléter au trait de jauge (25 ml) avec de l'eau.
- Agiter et filtrer à l'aide d'un filtre Whatman n° 41, préalablement lavé avec environ 25 ml d'une solution de HNO₃ 2 % et de HCl 6 % (cf. 6.34).
- Recueillir une portion du liquide filtré et doser les éléments avec le spectromètre d'émission au plasma. La matrice finale est HCl 6 % de HNO₃ 2 %.

Note – La solution témoin (blanc de méthode) est préparée de la même façon que les échantillons.

7.4. DOSAGE

Le dosage des métaux s'effectue directement sur les filtrats des extraits de sédiments 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. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

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

$$C = [(A \times V) \div P] \times F$$

où

C : concentration du métal dans l'échantillon (mg/kg);
 A : concentration du métal dans la solution dosée (mg/l);
 V : volume final en ml;
 P : prise d'échantillon en g;
 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 cinq fois la limite de détection pour chacun des éléments d'intérêt.

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

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.

Méthode pour les sédiments

Tableau 1 : Domaines d'application

Élément	Longueur d'onde (nm)	Position	Limite inférieure		Limite supérieure	
			(mg/l)	(mg/kg)	(mg/l)	(mg/kg)
Al	308,215	radiale	0,030	1,5	60	3 000
Al	237,313	radiale	n.d.	n.d.	400	20 000
B	249,772	radiale	0,005	0,25	60	3 000
Ba	233,527	radiale	0,003	0,15	30	1 500
Be	234,861	radiale	0,0003	0,015	30	1 500
Be	313,107	radiale	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Ca	317,933	radiale	0,03	1,5	100	5 000
Ca	315,887	radiale	n.d.	n.d.	700	35 000
Cd	214,440	radiale	0,01	0,5	30	1 500
Co	228,616	radiale	0,02	1,0	60	3 000
Cr	205,560	radiale	0,020	1,0	60	3 000
Cu	324,752	radiale	0,003	0,15	50	2 500
Fe	238,204	radiale	0,020	1,0	50	2 500
Fe	273,955	radiale	n.d.	n.d.	1 000	50 000
K	766,490	radiale	0,060	3,0	400	20 000
Mg	279,077	radiale	0,02	1,0	100	5 000
Mg	279,077	radiale	n.d.	n.d.	1 000	50 000
Mn	257,610	radiale	0,001	0,05	30	1 500
Mo	202,031	axiale	0,03	1,5	50	2 500
Na	589,592	radiale	0,06	2,5	100	5 000
Na	588,995	radiale	n.d.	n.d.	400	20 000
Ni	231,604	radiale	0,01	0,5	40	2 000
P	178,221	axiale	0,008	0,4	100	5 000
Pb	220,353	axiale	0,04	2,0	60	3 000
V	292,402	radiale	0,001	0,05	60	3 000
Zn	213,857	radiale	0,03	1,5	20	1 000
Chambre de nébulisation : Scott			Nébuliseur : Gem Tips			

n.d. : non disponible

Méthode pour les sédiments

Tableau 2 : Limites de détection, limites de quantification, sensibilité, réplicabilité et répétabilité

Élément	Longueur d'onde (nm)	Position	Limite de détection ¹ (mg/kg)	Limite de quantification ¹ (mg/kg)	Sensibilité (Unité int./mg l ⁻¹)	Réplicabilité (mg/kg)	Répétabilité (mg/kg)
Al	308,215	radiale	1,5	4,5	$5,1 \times 10^2$	n.d.	n.d.
Al	237,313	radiale	n.d.	n.d.	34	21 000 ± 850	21 000 ± 840
B	249,772	radiale	0,25	0,75	$3,2 \times 10^2$	27 ± 1	27 ± 2
Ba	233,527	radiale	0,15	0,45	$3,2 \times 10^2$	130 ± 6	130 ± 3
Be	234,861	radiale	0,015	0,45	$3,6 \times 10^3$	0,4 ± 0,03	0,4 ± 0,04
Be	313,107	radiale	n.d.	n.d.	$2,6 \times 10^6$	n.d.	n.d.
Ca	317,933	radiale	1,5	4,5	$3,2 \times 10^3$	n.d.	n.d.
Ca	315,887	radiale	n.d.	n.d.	$2,3 \times 10^3$	16 000 ± 300	16 000 ± 200
Cd	214,440	radiale	0,5	1,5	$2,4 \times 10^2$	22 ± 0,5	23 ± 0,5
Co	228,616	radiale	1,0	3,0	$1,4 \times 10^2$	20 ± 0,4	18 ± 2
Cr	205,560	radiale	1,0	3,0	10^2	79 ± 1	78 ± 1
Cu	324,752	radiale	0,15	0,45	$1,2 \times 10^3$	420 ± 8	430 ± 8
Fe	238,204	radiale	1,0	3,0	$3,5 \times 10^2$	n.d.	n.d.
Fe	273,955	radiale	n.d.	n.d.	$2,9 \times 10^2$	40 000 ± 800	40 000 ± 700
K	766,490	radiale	3,0	9,0	$2,1 \times 10^3$	5 000 ± 300	5 000 ± 300
Mg	279,077	radiale	1,0	3,0	$6,6 \times 10^2$	n.d.	n.d.
Mg	279,077	radiale	n.d.	n.d.	$2,3 \times 10^2$	12 000 ± 200	12 000 ± 300
Mn	257,610	radiale	0,06	0,45	$2,1 \times 10^3$	610 ± 10	620 ± 10
Mo	202,031	axiale	1,5	4,5	$3,3 \times 10^3$	2 ± 0,06	2 ± 0,07
Na	589,592	radiale	2,5	7,5	$1,0 \times 10^3$	n.d.	n.d.
Na	588,995	radiale	n.d.	n.d.	$1,4 \times 10^4$	740 ± 40	750 ± 20
Ni	231,604	radiale	0,5	1,5	$1,1 \times 10^2$	54 ± 1	57 ± 4
P	178,221	Axiale	0,4	1,2	$1,2 \times 10^2$	1 000 ± 21	1 000 ± 24
Pb	220,353	axiale	2,0	6,0	$1,8 \times 10^3$	150 ± 4	160 ± 4
V	292,402	radiale	0,06	0,15	$6,3 \times 10^3$	66 ± 2	67 ± 2
Zn	213,857	radiale	1,5	4,5	$2,9 \times 10^2$	3800 ± 90	3900 ± 100
Chambre de nébulisation : Scott				Nébuliseur : Gem Tips			

n.d. : non disponible

¹ Ces valeurs sont utilisées pour les applications courantes. Elles ont été obtenues en arrondissant les unités et les décimales à la valeur supérieure lorsque le chiffre suivant était supérieur à 0.

Méthode pour les sédiments

Tableau 3 : Justesse et pourcentage de récupération

Élément	Longueur d'onde (nm)	Position	Justesse (%)	Concentration attendue (mg/kg)	Récupération (%)	Ajout (mg/kg)
Al	308,215	radiale	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Al	237,313	radiale	84	21 000	89	10 000
B	249,772	radiale	88	26	103	100
Ba	233,527	radiale	88	130	92	190
Be	234,861	radiale	62	0,6	95	180
Ca	317,933	radiale	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Ca	315,887	radiale	91	16 000	93	19 000
Cd	214,440	radiale	92	23	93	180
Co	228,616	radiale	95	18	91	180
Cr	205,560	radiale	79	91	92	190
Cu	324,752	radiale	92	420	93	480
Fe	238,204	radiale	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Fe	273,955	radiale	96	40 000	101	20 000
K	766,490	radiale	91	5 000	92	5 000
Li	670,781	radiale	n.d. ²	n.d.	n.d.	n.d.
Mg	279,077	radiale	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Mg	279,077	radiale	96	12 000	97	10 000
Mn	257,610	radiale	92	620	94	450
Mo	202,031	axiale	69	3	91	190
Na	589,592	radiale	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Na	588,995	radiale	92	750	96	19 000
Ni	231,604	radiale	99	57	92	34
P	178,221	axiale	79	1 300	93	1 000
Pb	220,353	axiale	95	155	84	180
V	292,402	radiale	92	67	94	190
Zn	213,857	radiale	92	4 146	94	1 800
Chambre de nébulisation : Scott			Nébuliseur : Gem Tips			

n.d. : non disponible

² Aucun matériau de référence certifié (MRC) n'était disponible afin d'effectuer ce calcul, tel qu'exigé dans le document de référence DR-12-VMC, « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

Méthode pour les sédiments

Tableau 4 : Préparation des étalons pour le dosage multiéléments

Dans des fioles volumétriques de 1 000 ml contenant environ 800 ml d'eau, introduire, à l'aide d'une pipette, les volumes suivants des solutions étalons de 1 000 mg/l (10 000 mg/l pour l'étalon 6). Ajouter 20,0 ml de HNO₃ concentré (cf. 6.2) et 60,0 ml de HCl concentré (cf. 6.3) et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Préparer un blanc avec seulement les acides.

Analyte	Étalon n° 1	Étalon n° 2	Étalon n° 3	Étalon n° 4	Étalon n° 5	Étalon n° 6
Al				10 ml (cf. 6.5)		10 ml (cf. 6.6)
B				10 ml (cf. 6.9)		
Ba				10 ml (cf. 6.7)		
Be		10 ml (cf. 6.8)				
Ca			10 ml (cf. 6.10)			10 ml (cf. 6.11)
Cd		10 ml (cf. 6.12)				
Co		10 ml (cf. 6.14)				
Cr		10 ml (cf. 6.13)				
Cu		10 ml (cf. 6.15)				
Fe		10 ml (cf. 6.16)				10 ml (cf. 6.17)
K			10 ml (cf. 6.18)			
Mg			10 ml (cf. 6.19)			10 ml (cf. 6.20)
Mn	10 ml (cf. 6.21)					
Mo		5 ml (cf. 6.22)				
Na			10 ml (cf. 6.23)			10 ml (cf. 6.24)
Ni	10 ml (cf. 6.25)					
P					5 ml (cf. 6.27)	
Pb					5 ml (cf. 6.26)	
V	10 ml (cf. 6.28)					
Zn	10 ml (cf. 6.29)					