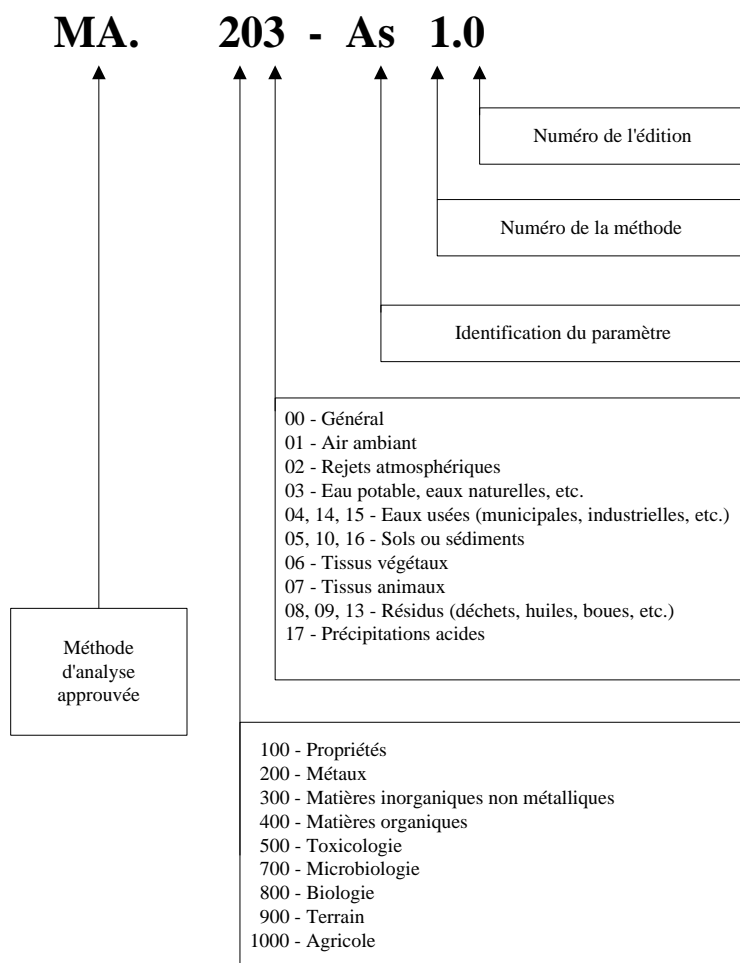


**MA. 203 – Mét.R.P. 1.0**  
Édition : 2006-02-28  
Révision : 2007-04-17 (1)

## **Méthode d'analyse**

Détermination des métaux par spectrométrie de masse  
couplée à une source d'émission au plasma d'argon  
(ICP-MS)

## Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

**CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,**  
**Détermination des métaux par spectrométrie de masse couplée à une source d'émission**  
**au plasma d'argon, MA. 203 – Met.R.P. 1.0, Rév. 1, Ministère du Développement**  
**durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2007, 19 p.**

## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	6
3. FIABILITÉ	6
3.1. Interférence	6
3.2. Limite de détection	6
3.3. Limite de quantification	7
3.4. Sensibilité	7
3.5. Fidélité	8
3.6. Justesse	9
3.7. Pourcentage de récupération	9
4. CONSERVATION	10
4.1. Prélèvement et conservation pour les métaux, à l'exception du mercure	10
4.2. Prélèvement et conservation pour le mercure	10
5. APPAREILLAGE	10
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	11
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	16
7.1. Préparation spéciale du matériel	16
7.2. Préparation des échantillons	16
7.3. Dosage	16
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	17
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	18
10. BIBLIOGRAPHIE	18
ANNEXE 1 : PROCÉDURE DE DÉCONTAMINATION POUR LE MERCURE	19



## INTRODUCTION

La présence de métaux dans l'environnement est causée principalement par l'action des agents atmosphériques 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. Selon sa concentration, un métal peut être essentiel ou dangereux pour l'humain ou pour l'environnement.

La concentration des métaux dans l'eau est généralement mesurée pour différentes activités et applications réglementaires du ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec. Dans le cas de cette méthode, il s'agit des métaux régis par le Règlement sur la qualité de l'eau potable. Cette méthode s'applique également à la détermination des métaux (As, B, Hg, Sb, Se, U) dans les eaux qui ne sont pas couverts par la méthode MA. 203 – Mét. 3.2, intitulée « Détermination des métaux dans l'eau : méthode par spectrométrie au plasma d'argon ».

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer les métaux dans les eaux souterraines, les eaux de surface et l'eau potable. Le dosage des métaux est effectué en trois groupes distincts.

Élément	Limite inférieure appliquée (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)	Regroupement pour le dosage	Couvert par le Règlement sur la qualité de l'eau potable
As	0,03	40	1	Oui
B	2,0	250	1	Oui
Ba	0,3	50	1	Oui
Cd	0,3	1 000	1	Oui
Cr	1,0	5 000	1	Oui
Cu	0,05	20	1	Oui
Hg	0,01	20	3	Oui
Pb	0,03	1 000	1	Oui
Sb	0,004	5 000	1	Oui
Se	0,3	100	1	Oui
Sn	0,01	1 000	2	Non
U	0,001	250	1	Oui

## 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le dosage est effectué avec source d'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. 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. Par la suite, les métaux ionisés sont dirigés vers un spectromètre de masse où ils seront séparés et détectés selon leur ratio masse/charge.

Les concentrations des éléments sont déterminées en comparant les intensités respectives de l'échantillon et des 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 interférences les plus fréquentes sont les interférences de type polyatomique. Ces dernières peuvent être éliminées à l'aide de la cellule de réaction.

### 3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection de la méthode (LDM) pour chaque élément est indiquée dans le tableau suivant.

Élément	LDM calculée (µg/l)	LDM appliquée (µg/l)
As	0,024	0,03
B	0,07	2,0
Ba	0,013	0,3
Cd	0,003	0,3
Cr	0,03	1,0
Cu	0,05	0,05
Hg	0,01	0,01
Pb	0,03	0,03
Sb	0,004	0,004
Se	0,026	0,3
Sn	0,014	0,02
U	0,001	0,001

### 3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification de la méthode (LQM) pour chaque élément est indiquée dans le tableau suivant.

Élément	LQM (µg/l)
As	0,08
B	0,2
Ba	0,04
Cd	0,009
Cr	0,09
Cu	0,2
Hg	0,03
Pb	0,09
Sb	0,01
Se	0,09
Sn	0,05
U	0,004

### 3.4. SENSIBILITÉ

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

Élément	Sensibilité (surface/µg/l)
As	2415
B	681
Ba	31 874
Cd	3 656
Cr	8 413
Cu	2 602
Hg	2 416
Pb	141 432
Sb	10 990
Se	725
Sn	11 167
U	32 028

### 3.5. FIDÉLITÉ

#### 3.5.1 Réplicabilité

La replicabilité d'une série de mesures (n = 10) pour chaque élément est indiquée dans le tableau suivant.

Élément	Concentration (µg/l)	Réplicabilité (µg/l)
As	0,281	± 0,008
B	1,72	± 0,04
Ba	7,7	± 0,1
Cd	0,015	± 0,001
Cr	2,12	± 0,05
Cu	0,27	± 0,01
Hg	0,049	± 0,003
Pb	0,646	± 0,006
Sb	0,223	± 0,003
Se	0,179	± 0,006
Sn	0,803	± 0,007
U	0,468	± 0,005

#### 3.5.2 Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures (n = 10) pour chaque élément est indiquée dans le tableau suivant.

Élément	Concentration (µg/l)	Répétabilité (µg/l)
As	1,31	± 0,07
B	15,2	± 0,2
Ba	7,4	± 0,2
Cd	1,15	± 0,02
Cr	1,88	± 0,04
Cu	4,3	± 0,2
Hg	0,058	± 0,003
Pb	1,33	± 0,04
Sb	0,69	± 0,02
Se	1,09	± 0,05
Sn	n.d.	n.d.
U	0,0500	± 0,0008

n.d. : non disponible

### 3.6. JUSTESSE

La justesse d'une série de mesures (n = 10) pour chacun des éléments figure au tableau qui suit.

Élément	Concentration (µg/l)	Justesse (%)
As	1,31	98
B	15,2	99
Ba	7,4	100
Cd	1,15	100
Cr	1,88	97
Cu	4,3	99
Hg	0,049	98
Pb	1,33	100
Sb	0,69	100
Se	1,09	100
Sn	n.d.	n.d.
U	0,0500	99

n.d. : non disponible

### 3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

La récupération obtenue lors d'une série de mesures pour chacun des éléments figure au tableau qui suit.

Élément	Nombre d'échantillons	Récupération (%)
As	5	98
B	4	100
Ba	4	97
Cd	5	102
Cr	4	109
Cu	4	100
Hg	5	98
Pb	5	98
Sb	4	109
Se	4	94
Sn	4	94
U	5	96

## 4. CONSERVATION

### 4.1. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION POUR LES MÉTAUX, À L'EXCEPTION DU MERCURE

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de polyéthylène de basse densité (LDPE) ou de haute densité (HDPE), ou en téflon (TFE) contenant l'agent de conservation (0,5 ml de HNO<sub>3</sub> 50 % (V/V) de qualité métal trace (cf. 6.20) pour 125 ml). Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

### 4.2. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION POUR LE MERCURE

Prélever un échantillon représentatif dans un tube de polypropylène (PP) décontaminé (annexe 1) de 12 ml contenant 120 µl d'une solution d'or ayant une teneur de 10 mg/l (cf. 6.21) et 120 µl d'acide chlorhydrique (cf. 6.6) concentré de qualité Seastar. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

**Note – Bien que l'agent de conservation soit une solution d'or et HCl, les échantillons préservés au dichromate de potassium peuvent être analysés. Ils devront être dilués par un facteur dix afin de respecter la matrice de la courbe d'étalonnage. Pour ces échantillons, le délai de conservation est de un mois si la solution d'or n'est pas ajoutée et de six mois si elle est ajoutée selon la description ci-dessus.**

## 5. APPAREILLAGE

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

- 5.1. Spectromètre de masse couplée à une source d'émission au plasma d'argon de marque Perkin Elmer Sciex, modèle Elan DRC II
- 5.2. Chambre de nébulisation de type Cyclonique
- 5.3. Nébuliseur concentrique de type Meinhard<sup>®</sup>
- 5.4. Échantillonneur de marque Perkin Elmer Sciex, modèle AS93 plus
- 5.5. Tubes de 15 ml en LDPE de forme conique avec bouchons en PP

## 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° 7440-37-1)
- 6.2. Oxygène, O<sub>2</sub> (CAS n° 7782-44-7)
- 6.3. Ammoniaque, NH<sub>3</sub> (CAS n° 7664-41-7)
- 6.4. Acide nitrique (qualité métal trace), HNO<sub>3</sub> (CAS n° 7607-37-2)
- 6.5. Acide nitrique (qualité Seastar<sup>TM</sup>), HNO<sub>3</sub> (CAS n° 7607-37-2)
- 6.6. Acide chlorhydrique (qualité Seastar<sup>TM</sup>), HCl (CAS n° 7647-01-1)
- 6.7. Solution d'or certifiée de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Au (CAS n° 7440-57-5)
- 6.8. Solution étalon d'arsenic de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), As (CAS n° 7440-38-2)
- 6.9. Solution étalon de bore de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), B (CAS n° 7440-42-8)
- 6.10. Solution étalon de baryum de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ba (CAS n° 7440-39-3)
- 6.11. Solution étalon de cadmium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cd (CAS n° 7440-43-9)
- 6.12. Solution étalon de chrome de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cr (CAS n° 7440-47-3)
- 6.13. Solution étalon de cuivre de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Cu (CAS n° 7440-50-8)
- 6.14. Solution étalon de mercure de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Hg (CAS n° 7439-97-6)
- 6.15. Solution étalon de plomb de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Pb (CAS n° 7439-92-1)
- 6.16. Solution étalon d'antimoine de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sb (CAS n° 7440-36-0)
- 6.17. Solution étalon de sélénium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Se (CAS n° 7782-49-2)
- 6.18. Solution étalon d'étain de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sn (CAS n° 7440-31-5)
- 6.19. Solution étalon d'uranium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), U (CAS n° 7440-61-1)

- 6.20. Agent de conservation pour l'échantillonnage des métaux et la décontamination, HNO<sub>3</sub> 50 % V/V métal trace

Dans une fiole volumétrique en PP de 100 ml contenant environ 40 ml d'eau déminéralisée ultrapure, introduire 50 ml de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité métal trace (cf. 6.4) et compléter au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée ultrapure. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

- 6.21. Agent de conservation pour l'échantillonnage du mercure, or 10 mg/l

Dans une fiole volumétrique en PP de 100 ml contenant environ 40 ml d'eau déminéralisée ultrapure, introduire 1 ml de la solution d'or certifiée de 1 000 mg/l (cf. 6.7) et 5,0 ml d'acide chlorhydrique concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (cf. 6.6). Compléter au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée ultrapure. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

- 6.22. Solution de trempage pour la décontamination du mercure

Dans une fiole volumétrique en PP de 1 000 ml contenant environ 400 ml d'eau déminéralisée ultrapure, introduire 0,3 ml d'or (cf. 6.7) et 50,0 ml d'acide chlorhydrique concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (cf. 6.6). Compléter au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée ultrapure. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

- 6.23. Solution étalon mère mixte n° 1A à 1 mg/l de cadmium et de plomb

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml en PP contenant environ 800 ml d'eau, introduire 1 ml de la solution étalon de cadmium de 1 000 mg/l (cf. 6.11) et 1 ml de la solution étalon de plomb de 1 000 mg/l (cf. 6.15). Ajouter par la suite 2,0 ml de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (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.

- 6.24. Solution étalon intermédiaire mixte n° 1B à 50 µg/l de cadmium et de plomb

Dans une fiole volumétrique de 50 ml en PP contenant environ 40 ml d'eau, introduire 2,5 ml de la solution étalon mère mixte n° 1A (cf. 6.23). Ajouter par la suite 100 µl de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (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.

- 6.25. Solution étalon mère mixte n° 2A à 5 mg/l d'arsenic, de chrome, de cuivre, d'antimoine et de sélénium

Dans une fiole volumétrique de 200 ml en PP contenant environ 150 ml d'eau, introduire 1 ml des solutions étalons de 1 000 mg/l des métaux suivants : arsenic (cf. 6.8), chrome (cf. 6.12), cuivre (cf. 6.13), antimoine (cf. 6.16) et sélénium (cf. 6.17). Ajouter par la suite 10,0 ml de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (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.

- 6.26. Solution étalon intermédiaire mixte n° 2B à 100 µg/l d'arsenic, de chrome, de cuivre, d'antimoine et de sélénium

Dans une fiole volumétrique de 200 ml en PP contenant environ 180 ml d'eau, introduire 4,0 ml de la solution étalon mère mixte n° 2A (cf. 6.25). Ajouter par la suite 200 µl de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (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.

- 6.27. Solution étalon mère mixte n° 3+4A à 10 mg/l de bore et d'uranium à 20 mg/l de baryum

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en PP contenant environ 75 ml d'eau, introduire 1 ml des solutions étalons de bore de 1 000 mg/l (cf. 6.9), 1 ml de la solution étalon d'uranium de 1 000 mg/l (cf. 6.19) et 2 ml de la solution étalon de baryum de 1 000 mg/l (cf. 6.10). Ajouter par la suite 5,0 ml de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (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.

- 6.28. Solution étalon intermédiaire mixte n° 3+4B à 500 µg/l de bore et d'uranium et à 1 mg/l de baryum

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en PP contenant environ 80 ml d'eau, introduire 5,0 ml de la solution étalon mère mixte n° 3+4A (cf. 6.27). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

- 6.29. Solution étalon mère d'étain à 1 mg/l

Dans une fiole volumétrique de 250 ml en PP contenant environ 200 ml d'eau, introduire 250 µl de la solution étalon d'étain de 1 000 mg/l (cf. 6.18). Ajouter par la suite 500 µl de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (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.

- 6.30. Solution étalon mère de mercure Hg1 à 10 mg/l

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en PP contenant environ 75 ml d'eau, introduire 1 ml de la solution étalon de mercure de 1 000 mg/l (cf. 6.14). Ajouter par la suite 200 µl de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (cf. 6.5) et 1,0 ml de l'agent de conservation pour le mercure, or à 10 mg/l (cf. 6.21). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

- 6.31. Solution étalon intermédiaire de mercure Hg2 à 100 µg/l

Dans une fiole volumétrique de 100 ml en PP contenant environ 75 ml d'eau, introduire 1,0 ml de la solution étalon mère de mercure à 10 mg/l (cf. 6.30). Ajouter par la suite 200 µl de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (cf. 6.5) et 1,0 ml de l'agent de conservation pour le mercure, or à 10 mg/l (cf. 6.21). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

### 6.32. Étalon de calibration des métaux

Pour la préparation de tous les groupes étalons de calibration de métaux, utiliser des fioles volumétriques en PP et introduire, à l'aide de pipettes, les volumes suivants des solutions étalons d'acide. 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.

#### 6.32.1. Solution de dosage pour le regroupement de métaux 1

Solutions	Volume à ajouter (ml)				
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5
mixte n° 1A (cf. 6.23)			0,5	0,5	1,25
mixte n° 1B (cf. 6.24)	0,5	2,0			
mixte n° 2A (cf. 6.25)			0,4	0,5	1,0
mixte n° 2B (cf. 6.26)	0,5	2,5			
mixte n° 3+4A (cf. 6.27)			0,5	0,5	1,25
mixte n° 3+4B (cf. 6.28)	0,5	1,0			
HNO <sub>3</sub> (cf. 6.5)	1,0	1,0	2,0	1,0	1,0
Volume final	500	500	1 000	500	500
Concentration finale des métaux (µg/l)					
As	0,1	0,5	2,0	5,0	10
B	0,5	1,0	5	10	25
Ba	1,0	2,0	10	20	50
Cd	0,05	0,2	0,5	1,0	2,5
Cr	0,1	0,5	2,0	5,0	10
Cu	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
U	0,5	1,0	5	10	25

#### 6.32.2. Solution de dosage pour le regroupement de métaux 2 (Sn)

Solutions	Volume à ajouter (ml)				
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5
Étalon mère d'étain (cf. 6.29)	0,25	0,20	0,5	1,0	2,0
HNO <sub>3</sub> (cf. 6.5)	0,5	0,2	0,2	0,2	0,2
Volume final	250	100	100	100	100
Concentration finale (µg/l)					
Sn	1,0	2,0	5,0	10	25

### 6.32.3. Solution de dosage pour le regroupement de métaux 3 (Hg)

Solutions	Volume à ajouter (ml)				
	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	Étalon 5
intermédiaire Hg <sub>2</sub> (cf. 6.31)	0,25	0,2	0,5	1,0	1,5
Or (cf. 6.21)	2,5	1,0	1,0	1,0	1,0
HNO <sub>3</sub> (cf. 6.5)	2,5	1,0	1,0	1,0	1,0
Volume final	250	100	100	100	100
Concentration finale (µg/l)					
Hg	0,1	0,2	0,5	1,0	1,5

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

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

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

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

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

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

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

6.40. Solution d'yttrium certifiée de 1 000 mg/l, Y (CAS n° 7440-65-5)

6.41. Solution de lithium<sup>6</sup> certifiée de 1 000 mg/l, <sup>6</sup>Li (CAS n° 7439-93-2)

6.42. Solution mère d'étalon interne (mère SI 1)

Dans une fiole volumétrique de 500 ml en PP contenant environ 400 ml d'eau et 1,0 ml de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (cf. 6.5), introduire 0,5 ml de chacune des solutions certifiées de 1 000 mg/l suivantes : rhodium (cf. 6.35), indium (cf. 6.36), cérium (cf. 6.37), terbium (cf. 6.38), thorium (cf. 6.39) et yttrium (cf. 6.40). Ajouter également 5,0 ml de la solution certifiée de 1 000 mg/l de germanium (cf. 6.34) et 1,0 ml de la solution certifiée de 1 000 mg/l de scandium (cf. 6.33). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

6.43. Solution de travail d'étalon interne (SI 1)

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml en PP contenant environ 800 ml d'eau, introduire 26 ml de la solution mère d'étalon interne (mère SI 1) (cf. 6.42) et 0,45 ml de la solution certifiée de 1 000 mg/l de lithium<sup>6</sup> (cf. 6.41). Ajouter par la suite 2,0 ml de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar<sup>TM</sup> (cf. 6.5). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

6.44. Solution de rinçage pour les métaux à l'exception du mercure, HNO<sub>3</sub>, 0,2 % V/V

Dans une fiole volumétrique de 2 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 4 ml de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar™ (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.

6.45. Solution de rinçage pour le mercure

Dans une fiole volumétrique de 1 000 ml contenant environ 750 ml d'eau, ajouter 10 ml de HNO<sub>3</sub> concentré de qualité Seastar™ (cf. 6.5), 10 ml de HCl concentré de qualité Seastar™ (cf. 6.6) et 10 ml de l'agent de conservation pour l'échantillonnage du mercure, or 10 mg/l (cf. 6.21). Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution peut être conservée environ 6 mois à la température ambiante.

6.46. Savon Extran® à 2 % (V/V)

## 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 DU MATÉRIEL

La seule particularité est d'utiliser des fioles volumétriques et des tubes en plastique (PP, LDPE ou HDPE), notamment pour les analyses de bore. Aucune décontamination n'est nécessaire à l'exception des tubes de dosage pour le mercure. Pour décontaminer ces tubes, suivre la procédure décrite à l'annexe 1.

### 7.2. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Transvider une partie aliquote de l'échantillon directement dans un tube de 15 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 l'aide des solutions préparées (cf. 6.32). L'analyse s'effectue selon les modes et masses identifiés dans le tableau suivant.



## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne $\pm 2$ écarts type. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre $\pm 2$ et $\pm 3$ écarts type.
Duplicata et répliqués	Les valeurs obtenues ne doivent pas différer de plus de 10 % de la valeur moyenne de la concentration analysée ou de deux fois la LDM. Lorsqu'il s'agit d'un duplicata, le résultat rapporté est la moyenne.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de quantification. Les résultats des échantillons sont corrigés en fonction du blanc.
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, 21st Edition, 2005.

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.

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT, Critères de qualité de l'eau de surface au Québec, Direction du suivi de l'état de l'environnement, Ministère de l'Environnement, Québec, 2001, 430 p.

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS, Règlement sur la qualité de l'eau potable, Loi sur la qualité de l'environnement, c. Q-2, r. 18.1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, Québec, 2006, 27 p.

## ANNEXE 1 : PROCÉDURE DE DÉCONTAMINATION POUR LE MERCURE

- Faire tremper les tubes de polypropylène PP et les bouchons dans une solution de savon Extran® à 2 % (V/V) pendant 24 heures.
- Rincer à l'eau chaude, puis à l'eau déminéralisée et finalement à l'eau ultrapure.
- Faire tremper dans une solution de HNO<sub>3</sub> 50 % (V/V) (cf. 6.18) pendant 3 jours.
- Rincer 7 fois à l'eau ultrapure.
- Faire tremper dans une solution de HCl 5 % (V/V) contenant environ 300 µg/l d'or pendant 3 jours.
- Rincer 7 fois à l'eau ultrapure.

**Note – Il est nécessaire d'effectuer toutes les étapes de décontamination pour les tubes neufs et ceux qui ont séjourné chez le client. Pour les tubes qui ont séjourné seulement dans des salles propres, il est possible d'éliminer l'étape HNO<sub>3</sub> 50 % (V/V).**