

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT
ET DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES

Méthode d'analyse

MA.203 – Mét.-ICP-MSMS
2021-03-04 (révision 1)

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (MELCC).

Renseignements

Pour tout renseignement complémentaire :

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec

Ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les
changements climatiques

Complexe scientifique

2700, rue Einstein, bureau E-2-220

Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301

Télécopieur : 418 528-1091

Courriel : ceaeq@environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

Veuillez consulter notre site Web au www.environnement.gouv.qc.ca,
section « CEAEQ », ou au www.ceaeq.gouv.qc.ca.

Référence à citer

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination des métaux dans l'eau : méthode par spectrométrie de masse en
tandem et source ionisante au plasma d'argon (ICP-MSMS), révision 1,
ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques,
2021, 11 p. [En ligne].

<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/MA203MetICPMS.pdf>
(page consultée le jour/mois/année).

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec – 2021

TABLE DES MATIÈRES

1. DOMAINE D'APPLICATION	4
2. PRINCIPE ET THÉORIE	4
3. INTERFÉRENCES	5
4. CONSERVATION	5
5. MATÉRIEL ET APPAREILLAGE	5
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	5
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	8
7.1 Préparation du matériel	8
7.2 Préparation des échantillons	8
7.3 Dosage	9
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	9
8.1 Critères d'acceptabilité	9
9. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	10

Détermination des métaux dans l'eau :

MÉTHODE PAR SPECTROMÉTRIE DE MASSE EN TANDEM ET SOURCE IONISANTE AU PLASMA D'ARGON (ICP-MSMS)

1. DOMAINE D'APPLICATION

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 des déchets. Enfin, les rejets atmosphériques des cheminées utilisées dans 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 concentrations relativement faibles, 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.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Cette méthode sert à déterminer les métaux solubles à l'acide ou dissous dans les eaux souterraines, les eaux de surface et l'eau potable. Les limites inférieures et supérieures sont indiquées dans le tableau suivant :

Élément	Limite inférieure (mg/l)	Limite supérieure (mg/l)
Ag	0,0003	0,5
Al	0,005	2,5
B	0,002	2,5
Ba	0,0003	2,5
Be	0,0009	1,0
Ca	0,02	50
Cd	0,0003	1,25
Co	0,001	2,5
Cr	0,001	2,5
Cu	0,001	2,5
Fe	0,001	2,5
K	0,03	25
Li	0,001	2,5
Mg	0,02	50
Mn	0,0002	2,5
Mo	0,002	2,5
Na	0,02	50
Ni	0,001	2,5

Pb	0,004	2,5
Si	0,002	2,5
Sr	0,0002	2,5
V	0,0003	2,5
Zn	0,004	2,5

Le domaine d'application peut être étendu au-delà de ces limites supérieures, par dilution de l'échantillon ou en validant l'extrapolation par le dosage de solutions étalons ou de matériaux de référence certifiés.

3. INTERFÉRENCES

Les interférences les plus fréquentes sont celles de types polyatomique (formation d'ions moléculaires à partir des éléments contenus dans l'échantillon) et isobarique (même masse atomique pour deux éléments différents). Les interférences isobariques peuvent être éliminées par le logiciel de l'appareil à l'aide d'équations de correction ou, comme les interférences polyatomiques, à l'aide de la cellule réactionnelle.

4. CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique. Acidifier l'échantillon à $\text{pH} < 2$ en ajoutant 0,5 ml d'une solution de HNO_3 50 % (V/V) par 125 ml d'échantillon. Conserver à 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder six mois.

Si l'échantillon doit être filtré, utiliser un filtre de 0,45 μm (ou au choix du client); le délai de conservation entre le prélèvement et la filtration est de 24 heures. Après la filtration, l'échantillon est acidifié avec l'agent de préservation, 0,5 ml de HNO_3 50 % (V/V) pour 125 ml. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder six mois.

5. MATÉRIEL ET 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 en tandem de marque Agilent, modèle 8800
- 5.2. Chambre de nébulisation de type Scott avec refroidisseur
- 5.3. Nébuliseur concentrique de type MicroMist
- 5.4. Échantillonneur de marque Agilent, modèle ASX-500 series
- 5.5. Logiciel d'exploitation MassHunter de marque Agilent

5.6. Tubes de 10 ml en polypropylène (PP) 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'indications contraires, l'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau déminéralisée ultrapure.

À moins d'indications contraires, les solutions peuvent être conservées à la température de la pièce.

- 6.1. Argon, Ar (CAS n° 7440-37-1)
- 6.2. Oxygène 99,999 %, O₂ (CAS n° 7782-44-7)
- 6.3. Hydrogène 5.0, H₂ (CAS n° 1333-74-0)
- 6.4. Hélium 5.0, He (CAS n° 7440-59-7)
- 6.5. Acide nitrique (qualité Plasmapur ou l'équivalent), HNO₃ (CAS n° 7607-37-2)
- 6.6. Solution étalon de bore de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), B (CAS n° 7440-42-8)
- 6.7. Solution étalon de calcium de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Ca (CAS n° 7440-70-2)
- 6.8. Solution étalon de silice de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Si (CAS n° 16919-19-0)
- 6.9. Solution étalon de lithium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Li (CAS n° 7439-93-2)
- 6.10. Solution étalon de magnésium de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Mg (CAS n° 7439-95-4)
- 6.11. Solution étalon de molybdène de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Mo (CAS n° 7439-98-7)
- 6.12. Solution étalon de sodium de 10 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Na (CAS n° 7440-23-5)
- 6.13. Solution étalon de strontium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Sr (CAS n° 7440-24-6)
- 6.14. Solution étalon d'indium de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), In (CAS n° 7440-74-6)
- 6.15. Solution étalon de bismuth de 1 000 mg/l (qualité PlasmaCal), Bi (CAS n° 7440-69)
- 6.16. Solution commerciale A, contenant 20 mg/l Ag, 100 mg/l Ba, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn, 40 mg/l Be, 50 mg/l Cd
- 6.17. Solution commerciale B, contenant 100 mg/l Al, Cr, V, 1 000 mg/l Ca, Mg, Na et K
- 6.18. Solution de rinçage HNO₃ 1 %

Dans un contenant de nalgène de 4 L contenant environ 2 L d'eau, introduire 40 ml de HNO₃ concentré (cf. 6.5) et compléter jusqu'à la marque avec de l'eau.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.19. Solution de HNO₃ 0,2 % (blanc, calibration et carrier)

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 2 ml de HNO₃ concentré (cf. 6.5) et compléter jusqu'à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.20. Solution de 100 mg/l de Sr, B, Mo, Li et Si

Dans un tube jaugé de 50 ml, ajouter 5 ml des solutions commerciales de 1 000 mg/l de strontium (cf. 6.13), de bore (cf. 6.6), de molybdène (cf. 6.11), de lithium (cf. 6.9) et de silice (cf. 6.8) et 100 µl de HNO₃ concentré (cf. 6.5). Compléter jusqu'à 50 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

6.21. Solutions étalons

Les fioles jaugées utilisées sont en polypropylène (PP). Les solutions peuvent être conservées six mois.

Solutions étalons	Volumes (µl)						
	1	2	3	4	5	6	7
Solution commerciale A (cf. 6.16) Ag, Ba, Be, Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn	125	250	500	1 000	2 000	5 000	–
Solution commerciale B (cf. 6.17) Al, Cr, V, Ca, Mg, Na et K	125	250	500	1 000	2 000	5 000	–
Solution de 100 mg/l Sr, B, Mo, Li et Si (cf. 6.20)	125	250	500	1 000	2 000	5 000	–
Solutions mères 10 000 mg/l Ca (cf. 6.7), Mg (cf. 6.10) et Na (cf. 6.12)	–	–	–	–	–	–	1 000
HNO ₃ conc. (cf. 6.5)	480	460	425	260	100	–	60
Volume final (ml)	250	250	250	200	200	200	200

Concentration des métaux dans les solutions étalons

Métal	Concentrations (mg/l)						
	1	2	3	4	5	6	7
Ag	0,01	0,02	0,04	0,10	0,20	0,50	
Al	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
B	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Ba	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Be	0,02	0,04	0,08	0,20	0,40	1,0	
Ca	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0	25	50

Cd	0,025	0,05	0,10	0,25	0,50	1,25	
Co	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Cr	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Cu	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Fe	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
K	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0	25	
Li	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Mg	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0	25	50
Mn	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Mo	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Na	0,5	1,0	2,0	5,0	10,0	25	50
Ni	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Pb	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Si	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Sr	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
V	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	
Zn	0,05	0,10	0,20	0,50	1,0	2,5	

6.22. Solution mère d'étalon interne de 1 mg/l

Dans une fiole jaugée de 500 ml contenant environ 400 ml d'eau, ajouter 1,0 ml de HNO₃ concentré (cf. 6.5) et 0,5 ml d'indium (cf. 6.14). Compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.

6.23. Solution de travail de l'étalon interne de 25 µg/l

Dans une fiole jaugée de 500 ml contenant environ 400 ml d'eau, ajouter 12,5 ml de la solution mère d'étalon interne (cf. 6.22) et 1,0 ml de HNO₃ concentré (cf. 6.5). Compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée jusqu'à épuisement.

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 du matériel

Aucune préparation n'est nécessaire.

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 celui-ci sur l'échantillonneur automatique selon la séquence d'analyse.

7.3 Dosage

Le dosage des échantillons et des éléments du contrôle de la qualité est effectué à l'aide d'un spectromètre de masse en tandem couplé à une source d'émission au plasma d'argon. L'étalonnage, de type linéaire, est réalisé à l'aide des solutions étalons lors de chaque séquence d'analyse. L'analyse s'effectue aux masses déterminées en utilisant des gaz pour certains métaux selon les informations contenues dans le tableau suivant. Le choix des masses, des modes de gaz et les étalons internes retenus peuvent varier en fonction des échantillons et des séquences d'analyse.

Modes d'analyse

Élément	Masse	Mode 1	Mode 2	Mode 3
Ag	107	Sans gaz	He	H ₂
Al	27	He	O ₂ 27→43	
B	11	Sans gaz	He	H ₂
Ba	137	Sans gaz	He	
Ba	138	Sans gaz	He	
Be	9	Sans gaz	He	H ₂
Ca	43	Sans gaz	H ₂	
Ca	44	Sans gaz	H ₂	
Cd	111	Sans gaz	He	
Co	59	Sans gaz	He	O ₂ 59→75
Cr	52	He	O ₂ 52→68	
Cu	63	Sans gaz	He	
Cu	65	Sans gaz	He	
Fe	56	He	H ₂	O ₂ 56→72
K	39	Sans gaz	He	H ₂
Li	7	Sans gaz	He	H ₂
Mg	24	Sans gaz	He	H ₂
Mn	55	He	O ₂ 55→71	
Mo	98	Sans gaz	H ₂	O ₂ 98→114
Na	23	Sans gaz	He	H ₂
Ni	60	He	H ₂	
Pb	208	Sans gaz	He	
Si	28	Sans gaz	H ₂	O ₂ 28→44
Sr	88	Sans gaz	He	O ₂ 88→104
V	51	O ₂ 51→67	He	
Zn	64	He	H ₂	
Zn	66	He	H ₂	

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont obtenus directement à l'aide du logiciel; ils sont calculés en mg/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.

8.1 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 types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre ± 2 et ± 3 écarts types.
Duplicata et réplcats	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou réplcat) 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 linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur à 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.

9. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

NOTE - Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique.

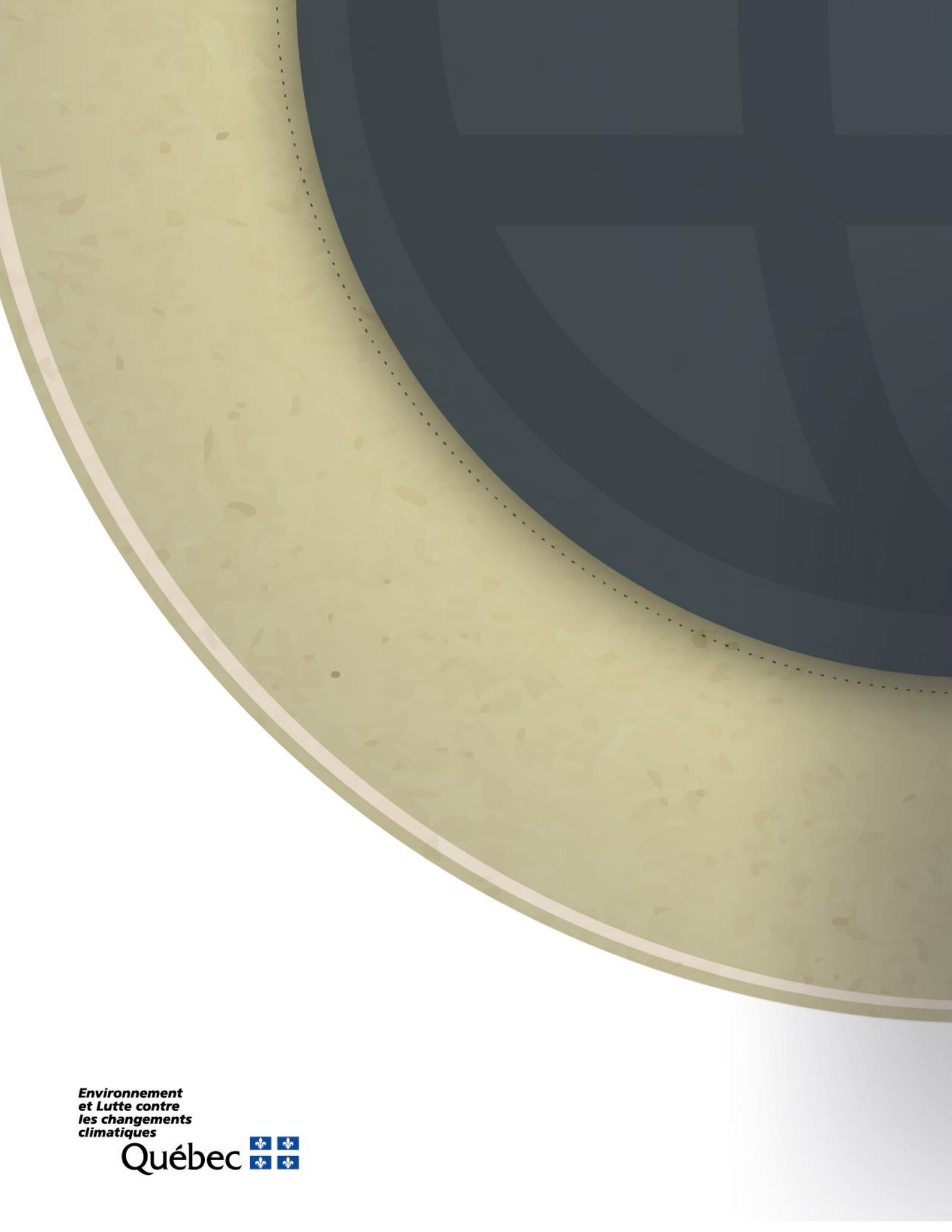
AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 3125 Metals by Inductively Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS) Method*, 23^e édition, 2017.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, ministère du de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.

[\[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf\]](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 de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.

[\[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf\]](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf)



**Environnement
et Lutte contre
les changements
climatiques**

Québec 