

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 1 de 12

AVERTISSEMENT : Avant d'appliquer cette méthode, consulter les manuels d'instructions, les fiches signalétiques et autres documents portant sur la sécurité.

Le timbre d'encre coloré indique que ceci est un document contrôlé. L'absence de couleur indique que cette copie n'est pas contrôlée et ne recevra pas des mises à jour de révision.

INTRODUCTION

L'effet sur l'environnement que peuvent avoir les métaux dans les eaux varie grandement de l'un à l'autre. Tandis que la présence de certains métaux est essentielle, d'autres sont extrêmement toxiques, et ce, même à des concentrations de quelques microgrammes par litre. Dans l'environnement, les sources anthropiques de différents métaux toxiques sont généralement liées aux industries du plaquage, de la métallurgie, de la sidérurgie et du transport.

La spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule à collision/réaction (CCR) est une technique qui permet de mesurer simultanément un grand nombre d'éléments dans une gamme très étendue de concentrations.

1. INTERVALLE DE MESURES

Cette méthode est applicable à la détermination des métaux dans des échantillons d'eaux de surface et souterraines, ainsi que dans des échantillons d'eaux usées domestiques et industrielles. Elle est applicable pour les intervalles de mesures suivantes :

Élément et masse atomique	Intervalle de mesure (µg/L)	Élément et masse atomique	Intervalle de mesure (µg/L)
Aluminium (²⁷ Al)	5 à 100	Magnésium (²⁵ Mg)	10 à 10000
Antimoine (¹²¹ Sb)	0,5 à 100	Manganèse (⁵⁵ Mn)	0,2 à 100
Argent (¹⁰⁷ Ag)	0,1 à 100	Molybdène (⁹⁵ Mo)	1,0 à 100
Arsenic (⁷⁵ As)	0,2 à 100	Nickel (⁶⁰ Ni)	0,2 à 100
Baryum (¹³⁷ Ba)	5 à 100	Plomb (²⁰⁸ Pb)	0,2 à 100
Béryllium (⁹ Be)	1 à 100	Potassium (³⁹ K)	50 à 10000
Cadmium (¹¹¹ Cd)	0,1 à 100	Sélénium (⁷⁸ Se)	0,5 à 100
Calcium (⁴⁴ Ca)	50 à 10000	Sodium (²³ Na)	100 à 10000
Chrome (⁵² Cr)	0,3 à 100	Thallium (²⁰⁵ Tl)	0,2 à 100
Cobalt (⁵⁹ Co)	0,1 à 100	Uranium (²³⁸ U)	0,1 à 100

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 2 de 12

Élément et masse atomique	Intervalle de mesure (µg/L)	Élément et masse atomique	Intervalle de mesure (µg/L)
Cuivre (⁶³ Cu)	0,5 à 100	Vanadium (⁵¹ V)	0,2 à 100
Étain (¹¹⁸ Sn)	1,0 à 100	Zinc (⁶⁶ Zn)	7 à 100
Fer (⁵⁷ Fe)	10 à 10000		

Ces intervalles de mesures peuvent être étendus par dilution adéquate des échantillons.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

- 2.1. Une digestion des échantillons rend les métaux extractibles disponibles à l'analyse. La digestion consiste à chauffer les échantillons à 95°C avec un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique.
- 2.2. L'échantillon digéré est entraîné dans un plasma d'argon par l'intermédiaire de pompes péristaltiques, d'un nébuliseur et d'une torche.
- 2.3. Les métaux contenus dans l'échantillon sont atomisés et ionisés par la haute température du plasma. Ils sont ensuite focalisés et accélérés par une série de plaques métalliques chargées électriquement, vers une chambre à collision/réaction (CCR) pour enlever les interférences présentes. Puis, ils sont dirigés vers le quadripôle pour y être séparés selon leur rapport masse/charge et captés par un détecteur.
- 2.4. La concentration d'un élément d'une masse spécifique est déterminée par comparaison entre les quantités d'ions mesurés pour l'échantillon et ceux mesurés pour les étalons d'étalonnage.

3. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

3.1. Validation de méthode

3.1.1. Interférences et limitations

- 3.1.1.1. Les interférences les plus fréquentes proviennent de molécules poly-atomiques et isobariques (ions dont la masse est la même que l'élément mesuré).
- 3.1.1.2. Un autre type d'interférence est la quantité de solides dissous présents dans l'échantillon analysé qui ne doit pas dépasser environ 0,2% (P/V).
- 3.1.1.3. La contamination demeure la plus grande source d'erreur lors de l'analyse des métaux. Utiliser les gants jetables sans poudre pour toutes les manipulations. Une décontamination appropriée de la verrerie utilisée est nécessaire.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 3 de 12

3.1.2. Limites

3.1.2.1. Les limites de détection rapportées (LDR) et les limites de quantification (LQ) de la méthode établies avec un volume d'échantillon de 25 ml pour les différents métaux sont les suivantes :

Élément	(LDR) (µg/L)	(LQ) (µg/L)	Élément	(LDR) (µg/L)	(LQ) (µg/L)
Aluminium (²⁷ Al)	5	17	Magnésium (²⁵ Mg)	10	33
Antimoine (¹²¹ Sb)	0,5	1,7	Manganèse (⁵⁵ Mn)	0,2	0,7
Argent (¹⁰⁷ Ag)	0,1	0,3	Molybdène (⁹⁵ Mo)	1,0	3,3
Arsenic (⁷⁵ As)	0,2	0,7	Nickel (⁶⁰ Ni)	0,2	0,7
Baryum (¹³⁷ Ba)	5	17	Plomb (²⁰⁸ Pb)	0,2	0,7
Béryllium (⁹ Be)	1	3	Potassium (³⁹ K)	50	165
Cadmium (¹¹¹ Cd)	0,1	0,3	Sélénium (⁷⁸ Se)	0,5	1,7
Calcium (⁴⁴ Ca)	50	165	Sodium (²³ Na)	100	330
Chrome (⁵² Cr)	0,3	1	Thallium (²⁰⁵ Tl)	0,2	0,7
Cobalt (⁵⁹ Co)	0,1	0,3	Uranium (²³⁸ U)	0,1	0,3
Cuivre (⁶³ Cu)	0,5	1,7	Vanadium (⁵¹ V)	0,2	0,7
Étain (¹¹⁸ Sn)	1,0	3,3	Zinc (⁶⁶ Zn)	7	23
Fer (⁵⁷ Fe)	10	33			

Note : Les limites de détection calculée sont disponibles sur demande.

3.1.3. Sensibilité

3.1.3.1. Les sensibilités de la méthode pour les différents métaux se situent dans les intervalles spécifiés ci-dessous :

Élément	Sensibilité Intensité / (µg/L)	Élément	Sensibilité Intensité / (µg/L)
Aluminium (²⁷ Al)	de 52 à 385	Magnésium (²⁵ Mg)	de 26 à 149
Antimoine (¹²¹ Sb)	de 8430 à 29200	Manganèse (⁵⁵ Mn)	de 2830 à 12500
Argent (¹⁰⁷ Ag)	de 17500 à 68000	Molybdène (⁹⁵ Mo)	de 4280 à 17500

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 4 de 12

Élément	Sensibilité Intensité / (µg/L)	Élément	Sensibilité Intensité / (µg/L)
Arsenic (⁷⁵ As)	de 623 à 2990	Nickel (⁶⁰ Ni)	de 2180 à 10400
Baryum (¹³⁷ Ba)	de 3260 à 10800	Plomb (²⁰⁸ Pb)	de 42400 à 165000
Béryllium (⁹ Be)	de 44 à 175	Potassium (³⁹ K)	de 100 à 1030
Cadmium (¹¹¹ Cd)	de 3230 à 12700	Sélénium (⁷⁸ Se)	de 69 à 410
Calcium (⁴⁴ Ca)	de 10 à 51	Sodium (²³ Na)	de 358 à 2240
Chrome (⁵² Cr)	de 5230 à 19400	Thallium (²⁰⁵ Tl)	de 59100 à 219000
Cobalt (⁵⁹ Co)	de 7810 à 37600	Uranium (²³⁸ U)	de 86900 à 354000
Cuivre (⁶³ Cu)	de 5180 à 28800	Vanadium (⁵¹ V)	de 3600 à 13200
Étain (¹¹⁸ Sn)	de 7250 à 27600	Zinc (⁶⁶ Zn)	de 1350 à 6750
Fer (⁵⁷ Fe)	de 122 à 541		

3.1.4. Fidélité

3.1.4.1. La répétabilité relative est inférieure à 10 % pour chacun des éléments mesurés, à l'exception de :

3.1.4.1.1. Inférieure à 5 % pour Cuivre, Fer, Nickel et Zinc.

3.1.4.1.2. Inférieure à 15 % pour Arsenic

3.1.4.1.3. Inférieure à 20 % pour Sélénium

3.1.4.2. La fidélité intermédiaire de mesure est inférieure à 10 % pour chacun des éléments mesurés, à l'exception de :

3.1.4.2.1. Inférieure à 5 % pour Cuivre, Fer, Nickel et Zinc.

3.1.4.2.2. Inférieure à 15 % pour Arsenic

3.1.4.2.3. Inférieure à 20 % pour Sélénium

3.1.5. Justesse

3.1.5.1. La justesse doit se situer entre 90 % et 100% pour chacun des éléments mesurés, à l'exception de :

3.1.5.1.1. Entre 95 % et 100 % pour Cuivre, Fer, Nickel et Zinc.

3.1.5.1.2. Entre 85 % et 100 % pour Arsenic

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 5 de 12

3.1.5.1.3. Entre 80 % et 100 % pour Sélénium

3.1.6. Récupération

3.1.6.1. La récupération d'un échantillon fortifié se situe entre 85% et 115% pour tous les éléments mesurés.

3.2. Éléments de contrôle qualité

3.2.1. Les éléments de contrôle de la qualité analysés doivent se situer à l'intérieur des intervalles spécifiés ci-dessous :

Éléments de contrôle qualité	Limite minimale acceptable	Limite maximale acceptable	Unité
Coefficient de détermination	0.990	1.000	R ²
Blanc de méthode (BLM)	LDR (voir point 3.1.2.1)	LDR (voir point 3.1.2.1)	µg/L
Échantillon fortifié (ECF)	70	130	% Récupération
Étalon de vérification (ETV)	85	115	
Étalon de contrôle externe (ETCE) pour Cuivre, Fer, Nickel et Zinc	90	110	
Étalon de contrôle externe (ETCE) pour Arsenic	70	130	
Étalon de contrôle externe (ETCE) pour Sélénium	60	140	
Étalon de contrôle externe (ETCE) Autres	80	120	% Écart
Duplicata (DUPF)	-20	20	

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

4.1. Les échantillons sont prélevés et conservés selon le document n° L-CR-5.8-001 *Contenants, modes et délais de conservation pour les échantillons d'eau.*

5. APPAREILLAGE, ACCESSOIRES ET DOCUMENTS QUALITÉ REQUIS

5.1. Spectromètre de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR), système de dilution automatique et échantillonneur automatique.

5.2. Système de contrôle et de traitement de données.

5.3. Système de refroidissement pour l'ICP-MS.

5.4. Contenants en polyéthylène.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 6 de 12

- 5.5. Bloc de digestion pouvant maintenir une température de 95°C.
- 5.6. Contenants jaugés à 50 ml (classe A) et à 10 ml (classe A) en polypropylène à usage unique avec bouchons en polyéthylène.
- 5.7. Support pour contenants de 50 ml et 10 ml pouvant être placés sur l'échantillonneur automatique.
- 5.8. Distributeurs de liquide (dispensettes) de volumes variables.
- 5.9. Pipettes mécaniques et volumétriques de classe A.
- 5.10. Ballons volumétriques, classe A (il est recommandé d'utiliser des ballons volumétriques soit en PMP (PolyMéthylPentene), en PE (PolyÉthylène) ou en PFA (PerFluoroAlkoxy) pour la préparation des étalons).
- 5.11. Bouteilles en polyéthylène en LDPE (Low Density Polyethylene).
- 5.12. Cylindres gradués en PMP (PolyMéthylPentene).
- 5.13. *Digifiltre* de 0.45 microns.
- 5.14. Pour la consultation des documents reliés à la méthode, cliquer sur l'icône  « lien vers la documentation » dans le logiciel IsoVision.

6. RÉACTIFS, ÉTALONS ET CONTRÔLES QUALITÉ

ATTENTION : La concentration d'un **nouveau lot d'étalon** doit être vérifiée à l'aide du lot précédent avant d'être utilisé.

ATTENTION : Certaines solutions peuvent être remplacées par des **étalons disponibles commercialement**. La concentration de l'étalon commercial doit être vérifiée. La concentration peut être différente de celle mentionnée. Les dilutions devront être modifiées en conséquence.

ATTENTION : Les matériaux de référence ainsi que les étalons **périmés** doivent être validés de nouveau avant utilisation. Une nouvelle date de péremption doit être identifiée et justifiée.

Note : Les acronymes entre parenthèses sont des références du logiciel LIMS.

- 6.1. Eau (eau_CR) : Eau dont la conductivité est < 2µmhos/cm ou la résistivité est > que 0,5 MΩ•cm
- 6.2. Acide chlorhydrique concentré (HCl) (HCl_instra_CR) : Liquide de qualité «Instra Analyzed » ou supérieure.
- 6.3. Acide nitrique concentré (HNO₃) (HNO3_instra_CR) : Liquide de qualité «Instra

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 7 de 12

Analyzed » ou supérieure.

Note : La concentration de l'acide nitrique présente dans les étalons commerciaux peut varier de 2 à 10 %, ce qui fera varier légèrement les concentrations finales d'acide nitrique des étalons d'étalonnage mais sans effet notable.

- 6.4. Étalon d'étain de 1000 mg/L (Met_Sn_1000_ETECR) : Disponible commercialement, traçable à un étalon national et de qualité ICP-MS.
- 6.5. Étalon de rhodium de 1000 mg/L (Rh_Sol_1000_CR) : Disponible commercialement, traçable à un étalon national et de qualité ICP-MS.
- 6.6. Étalon de scandium de 10000 mg/L (Sc_Sol_10000_CR) : Disponible commercialement, traçable à un étalon national et de qualité ICP-MS.
- 6.7. Étalon de terbium de 1000 mg/L (Tb_Sol_1000_CR) : Disponible commercialement, traçable à un étalon national et de qualité ICP-MS.
- 6.8. Étalon de germanium de 10000 mg/L (Ge_Sol_10000_CR) : Disponible commercialement, traçable à un étalon national et de qualité ICP-MS.
- 6.9. Étalon multi élément (Met_Multi03_ETECR) : Disponible commercialement, traçable à un étalon national et de qualité ICP-MS. Il contient les éléments et concentrations suivants :

Concentration (mg/L)	Éléments
1000	Ca, Fe, K, Mg, Na
10	Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, U, V, Zn

Note : Consulter le responsable technique si le besoin est de préparer cet étalon à partir des étalons de métaux individuels.

[6.10.](#) Étalon d'étain de 10 mg/L (Met_Sn_10_ETECR) : Dans un ballon volumétrique de 100 ml (5.10), ajouter environ 50 ml d'eau (6.1) et 5 ml d'acide chlorhydrique (6.2). Transférer, à l'aide d'une pipette (5.9), 1 ml de l'étalon d'étain de 1000 mg/L (6.4) dans le ballon volumétrique puis compléter au trait de jauge avec l'eau. Préparer cet étalon à chaque série d'analyse.

[6.11.](#) Étalon d'étalonnage (ETE) « [STD6](#) » (Met_Std4_ETECR) : Dans un ballon volumétrique de 100 ml (5.10), ajouter environ 50 ml de la solution HCl 0,5% et HNO₃ 0,5% (6.14). Transférer, à l'aide d'une pipette (5.9), 1 ml de l'étalon multi élément (6.9) et 1 ml de l'étalon d'étain de 10 mg/L (6.10) dans le ballon volumétrique puis compléter au trait de jauge avec la solution HCl 0,5% et HNO₃ 0,5%. Préparer cet étalon à chaque série d'analyse. Les concentrations de cet étalon sont les suivantes :

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 8 de 12

Concentration (µg/L)	Éléments
10000	Ca, Fe, K, Mg, Na
100	Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Tl, U, V, Zn

[6.12. Étalon d'étalonnage \(ETE\) « STD5 » à « STD2 »](#) : Les étalons d'étalonnage sont dilués par l'autodiluteur, toujours à partir du STD6, selon les facteurs de dilution suivants:

ETE	Facteur de dilution	Concentration (µg/L)	Éléments
STD5	2	5000	Ca, Fe, K, Mg, Na
STD5	2	50	Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Tl, U, V, Zn
STD4	10	1000	Ca, Fe, K, Mg, Na
STD4	10	10	Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Tl, U, V, Zn
STD3	20	500	Ca, Fe, K, Mg, Na
STD3	20	5	Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Tl, U, V, Zn
STD2	100	100	Ca, Fe, K, Mg, Na
STD2	100	1	Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Tl, U, V, Zn

[Au besoin, tous les étalons d'étalonnage ci-dessus peuvent être dilués avec une pipette mécanique \(5.9\) dans le ballon volumétrique approprié \(5.10\) en respectant la concentration finale de chaque étalon. Utiliser la solution HCl 0,5% \(V/V\) et HNO₃ 0,5% \(V/V\) \(6.14\) comme diluant.](#)

[6.13. Étalon d'étalonnage « STD1 » \(point zéro\)](#) : Utiliser la solution HCl 0,5% (V/V) et HNO₃ 0,5% (V/V) (6.14) pour la préparation de cet étalon à chaque série d'analyse.

[6.14. Solution HCl 0,5% \(V/V\) et HNO₃ 0,5% \(V/V\) \(HNO₃_HCl_0,5_CR\)](#) : Dans un contenant de 4000 ml, ajouter environ 2000 ml d'eau (6.1). Transférer, à l'aide d'une dispensette (5.8), 20 ml d'acide nitrique (6.3) et 20 ml d'acide chlorhydrique (6.2) dans le contenant. Compléter à environ 4000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement.

[6.15. Étalon interne solution mère \(Met_StdInt_Conc_CR\)](#) : Dans un ballon volumétrique de 100 ml, ajouter environ 50 ml d'eau (6.1). À l'aide d'une pipette (5.9) ajouter 0,75 ml de l'étalon de scandium (6.6), 0,55 ml de l'étalon de germanium (6.8), 0,2 ml de l'étalon de rhodium

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 9 de 12

(6.5), 0,1 ml de l'étalon de terbium (6.7) et 5 ml d'acide nitrique concentré (6.3). Compléter au trait de jauge avec l'eau. Cette solution est stable pour 12 mois. Il est aussi disponible commercialement « sur mesure / custom », traçable à un étalon national et de qualité ICP-MS.

Les concentrations de cet étalon sont les suivantes :

Concentration (mg/L)	Éléments
75	Sc
55	Ge
2	Rh
1	Tb

[6.16.](#) Étalon interne, solution travail (Met_StdInt_Dilue_CR) : Dans un ballon volumétrique de 100 ml (5.10), ajouter environ 50 ml de la solution HCl 0,5% et HNO₃ 0,5% (6.14). Transférer, à l'aide d'une pipette (5.9), 0,4 ml de l'étalon interne solution mère (6.15) puis compléter au trait de jauge avec la solution HCl 0,5% et HNO₃ 0,5%. La dilution de la solution de travail peut être ajustée, au besoin, pour obtenir l'intensité voulue (cps – count per second). Cette solution est stable tant que l'intensité des éléments, au niveau de l'instrument, est entre environ 200000 et 600000 cps. Observer ces intensités en utilisant le logiciel de l'instrument.

[6.17.](#) Solution HCl 0,5% (V/V) (HCl_0,5_CR) : Dans un contenant de 500 ml, ajouter environ 250 ml d'eau (6.1). Transférer, à l'aide d'une dispensette (5.8), 2,5 ml d'acide chlorhydrique (6.2) dans le contenant. Compléter à environ 500 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement.

[6.18.](#) Solution d'acide chlorhydrique 20% (V/V) (HCl_20_CR) : Dans un contenant de 2000 ml, ajouter environ 1000 ml d'eau (6.1). Transférer, à l'aide d'un cylindre gradué (5.12), 400 ml d'acide chlorhydrique (6.2) dans le contenant. Compléter à environ 2000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement.

[6.19.](#) Solution d'acide nitrique 20% (V/V) (HNO₃_20_CR) : Dans un contenant de 2000 ml, ajouter environ 1000 ml d'eau (6.1). Transférer, à l'aide d'un cylindre gradué (5.12), 400 ml d'acide nitrique (6.3) dans le contenant. Compléter à environ 2000 ml avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement.

[6.20.](#) Blanc (BLC) : Utiliser la solution de HCl 0,5% et HNO₃ 0,5% (6.14).

[6.21.](#) Blanc (BLM) : Prélever 25 ml d'eau (6.1) dans un contenant de digestion de 50 ml avec graduations (5.6).

[6.22.](#) Étalon de vérification (ETV) (Met_Std3_ETEQR) : [Dans un ballon volumétrique de 100 ml \(5.10\), ajouter environ 50 ml de la solution HCl 0,5% et HNO₃ 0,5% \(6.14\). Transférer, à l'aide d'une pipette \(5.9\), 10 ml de la solution d'étalonnage « STD6 » \(6.11\) dans ce ballon](#)

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 10 de 12

[volumétrique puis compléter au trait de jauge avec la solution HCl 0,5% et HNO3 0,5%. Préparer cet étalon de vérification d'étalonnage à chaque série d'analyse. Les concentrations des éléments de cet étalon de vérification correspondent à ceux de l'étalon d'étalonnage STD4 \(6.12\).](#)

[6.23.](#) Étalon de contrôle externe mixte PlasmaCal_500 (ou l'équivalent) (Met_Multi06_ETCECR) : Utiliser cet ETCE pour la préparation d'étalon de contrôle externe VMH, et comme ajout pour l'échantillon fortifié.

[6.24.](#) Étalon de contrôle externe étain PlasmaCal_501 (ou l'équivalent) (Met_Sn_10_ETCECR) : Utiliser cet ETCE pour la préparation d'étalon de contrôle externe VMH, et comme ajout pour l'échantillon fortifié.

[6.25.](#) Étalon de contrôle externe mixte PlasmaCal_503 (ou l'équivalent) (Met_Multi01_ETCECR) : Utiliser cet ETCE pour la préparation d'étalon de contrôle externe VMH, et comme ajout pour l'échantillon fortifié.

[6.26.](#) Étalon de contrôle externe (ETCE) basse concentration « VMH » (Met_Multi02_ETCECR) : Dans un contenant de digestion de 50 ml avec graduations (5.6), transférer environ 5 ml d'eau (6.1). Ajouter 0,10 ml d'étalon mixte PlasmaCal_503 (6.25), 0,10 ml d'étalon d'étain PlasmaCal_501 (6.24) et 0,5 ml de d'étalon mixte PlasmaCal_500 (6.23). Compléter au trait de jauge de 25 ml avec l'eau. Préparer cet étalon à chaque série d'analyse.

[6.27.](#) Étalon de contrôle externe (ETCE) haute concentration « Delta » (Met_Multi07_ETCECR) : Dans un contenant de digestion de 50 ml avec graduations (5.6), ajouter 5 ml de l'étalon multiéléments Delta fourni par l'assurance qualité et 2 ml de l'étalon d'étain Delta. Compléter au trait de jauge de 25 ml avec l'eau (6.1). Préparer cet étalon à chaque série d'analyse.

[6.28.](#) Étalon de contrôle externe (ETCE) NIST (Met_Multi01_ETCECR) : Utiliser cet ETCE tel quel, comme contrôle de dosage.

[6.29.](#) Étalon de contrôle externe (ETCE) ICVS (Met_ICVS_ETCECR) : Dans un ballon volumétrique de 100 ml (5.10), ajouter environ 50 ml de la solution de HCl 0,5% et HNO3 0,5% (6.14). Prélever, à l'aide d'une pipette mécanique (5.9), un volume de 0,1 ml de l'étalon externe mixte PlasmaCal_503 (6.25). Compléter au trait de jauge avec la solution de HCl 0,5% et HNO3 0,5%. Utiliser cet ETCE tel quel comme contrôle de dosage. Préparer cet étalon à chaque série d'analyse.

[6.30.](#) Échantillon fortifié (ECF) (Met_Multi02_ETCECR) : Transférer un volume d'échantillon allant jusqu'à 25 ml d'échantillon dans un contenant jaugé de 50 ml (5.6). Ajouter 0,10 ml d'étalon mixte PlasmaCal_503 (6.25), 0,10 ml d'étalon d'étain PlasmaCal_501 (6.24) et 0,5 ml de d'étalon mixte PlasmaCal_500 (6.23). Compléter au trait de jauge de 25 ml avec de l'eau (6.1).

[6.31.](#) Duplicata fortifié (DUPF) : Répéter les étapes de préparation de l'échantillon fortifié (6.30).

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 11 de 12

Note : Suivre les points 7.1.2 à 7.1.5 pour : l'étalon de contrôle externe (ETCE) de basse concentration, l'étalon de contrôle externe (ETCE) haute concentration, l'échantillon fortifié (ECF) et duplicata fortifié (DUPF).

7. PROCÉDURE ANALYTIQUE

7.1. **Traitement des échantillons**

7.1.1. Transférer un volume d'échantillon, jusqu'à un maximum de 25 ml, dans un contenant jaugé de 50 ml (5.6). Si le volume de l'échantillon est inférieur à 25 ml, compléter le volume manquant avec de l'eau (6.1).

Note : Les contenants doivent avoir été décontaminés selon les procédures définies.

7.1.2. Ajouter 0,8 ml d'acide chlorhydrique 20% (6.18) et 0,8 ml d'acide nitrique 20% (6.19).

7.1.3. Placer les contenants dans le bloc de digestion (5.5), chauffer à 95 ± 5 °C et digérer les échantillons pour une période de 2 heures sans dépasser 2 heures et 15 minutes.

7.1.4. A la fin du cycle de digestion, s'assurer que les contenants soient revenus à la température de la pièce avant de les ouvrir (le processus peut être accéléré en les plaçant au réfrigérateur).

7.1.5. Compléter à 50 ml avec de l'eau (6.1).

Note : S'il y a des particules, filtrer l'échantillon sur un filtre (5.13) préalablement rincé avec un minimum de 30 ml de la solution de HCl 0,5% et HNO₃ 0,5% (6.14).

7.2. **Détermination des métaux**

7.2.1. Pour le dosage des métaux suivre la procédure reliée à l'instrument.

7.2.2. Les concentrations lues doivent se situer à l'intérieur de la courbe d'étalonnage. Si ce n'est pas le cas, diluer l'échantillon digéré de manière appropriée en utilisant la solution HCl 0,5% et HNO₃ 0,5% (6.14).

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1. Les résultats sont exprimés en mg/L à moins d'indication contraire.

8.2. Le logiciel de l'instrument effectue le calcul de concentration des échantillons par comparaison avec les intensités mesurées (cps) pour les solutions d'étalonnage.

8.3. La concentration en métal sera de :

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-025
	Détermination des métaux dans l'eau par spectrométrie de masse à couplage inductif (ICP-MS) avec cellule de collision/réaction (CCR)	Version : 5.0.0
		Page : 12 de 12

$$C_{final}(mg/l) = \frac{C_{lue}(\mu g/l)}{1000(\mu g/mg)} * \frac{V_{digestion\ final}(ml)}{V_{digestion\ prélevé}(ml)} * \frac{V_{dilution\ final}(ml)}{V_{dilution\ prélevé}(ml)}$$

C_{lue} = concentration de l'échantillon calculée à partir de la courbe d'étalonnage.

$V_{digestion\ final}$ = volume final de la digestion.

$V_{digestion\ prélevé}$ = volume d'échantillon prélevé pour la digestion.

$V_{dilution\ final}$ = volume final de la dilution.

$V_{dilution\ prélevé}$ = volume d'échantillon prélevé pour la dilution.

8.4. Saisir les résultats dans la base de données LIMS.

8.5. Saisir les résultats des éléments de contrôle qualité dans la charte de contrôle de l'année en cours sur le serveur S. Enregistrer une non-conformité lors du non-respect d'un ou plusieurs éléments de contrôle de la qualité et transmettre la non-conformité au responsable qualité.

9. RÉFÉRENCES

- 9.1. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination des métaux : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon*. MA. 200 – Mét 1.2, Rév. 5, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 2014, 36 p.
- 9.2. APHA, AWWA, WEF « Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater », 23e édition, 2017, Part 3125.