

Méthode d'analyse

MA. 203 - Mercure

| 2024-06-25 (Révision 3)

Détermination du mercure à l'état de trace dans l'eau : méthode par spectrométrie d'émission au plasma d'argon et détection par spectrométrie de masse en tandem

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2024
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN 978-2-550-98404-7 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.
© Gouvernement du Québec – 2024

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|--|----------|
| Introduction | 1 |
| 1. Domaine d'application | 2 |
| 2. Principe et théorie | 2 |
| 3. Interférence | 2 |
| 4. Conservation | 2 |
| 5. Matériel et appareillage | 2 |
| 6. Réactifs et étalons | 3 |
| 7. Protocole d'analyse | 5 |
| 7.1 Préparation des échantillons | 5 |
| 7.2 Dosage | 5 |
| 8. Calcul et expression des résultats | 6 |
| 9. Critères d'acceptabilité | 6 |
| 10. Bibliographie | 7 |

Introduction

La présence de métaux à l'état soluble dans l'environnement est liée principalement 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 de déchets. Enfin, certains procédés industriels sont responsables de rejets atmosphériques contenant diverses substances solides ou volatiles composées de métaux et de métalloïdes.

1. Domaine d'application

Cette méthode sert à déterminer la concentration de mercure dans l'eau souterraine, les eaux de surface et l'eau potable.

Le domaine d'application peut être étendu au-delà de cette limite supérieure, par dilution de l'échantillon.

| Élément | Limite inférieure (ng/l) | Limite supérieure (ng/l) |
|---------|--------------------------|--------------------------|
| Hg | 1,0 | 500 |

2. Principe et théorie

Le dosage est effectué à l'aide d'un spectromètre de masse en tandem à source ionisante au plasma d'argon (ICP-MS-MS). L'échantillon est entraîné dans un plasma d'argon par l'intermédiaire d'une pompe péristaltique et d'un nébuliseur. Les métaux contenus dans l'échantillon sont atomisés et ionisés dans le plasma. Un premier quadropôle permet de sélectionner la masse qui entrera dans la cellule réactionnelle ou différents gaz pourront être utilisés pour éliminer les interférences isobariques et polyatomiques. Par la suite, un deuxième quadropôle sélectionnera les masses qui seront acheminées vers le spectromètre de masse de l'instrument.

La concentration d'un élément, à une masse spécifique, est déterminée par comparaison des quantités d'ions captés dans l'échantillon et les solutions étalons.

3. Interférence

Les interférences les plus fréquentes sont de type polyatomique.

4. Conservation

Prélever un échantillon représentatif dans un tube en polypropylène (PP) de 10 ml exempt de contamination par le mercure et contenant 240 µl d'acide chlorhydrique concentré.

Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce 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 8900
- 5.2. Chambre de nébulisation de type Scott en PTFA avec refroidisseur

- 5.3. Tube connecteur en PTFA
- 5.4. Nébuliseur en quartz.
- 5.5. Échantillonneur de marque Agilent, modèle SPS-4
- 5.6. Logiciel d'exploitation MassHunter de marque Agilent
- 5.7. Tubes de 10 ml en polypropylène (PP) de forme conique avec bouchon 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 ultrapure.

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

- 6.1. Argon, Ar (CAS n° 7440-37-1)
- 6.2. Acide nitrique (qualité **Aristar ultra** ou équivalent), HNO₃ (CAS n° 7607-37-2)
- 6.3. Acide chlorhydrique (qualité **Aristar ultra** ou équivalent), HCl (CAS n° 7647-01-1)
- 6.4. Solution étalon de mercure de 1000 mg/l, Hg (CAS n° 7439-97-6)
- 6.5. Solution d'or certifiée de 1000 mg/l, Au (CAS n° 7440-57-5)
- 6.6. Solution d'or à 10 mg/l

Dans une fiole volumétrique en PP de 100 ml contenant environ 40 ml d'eau, introduire 1,0 ml de la solution d'or de 1000 mg/l et 5,0 ml de HCl concentré. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

- 6.7. Solution d'or et de HCl 2 % (rinçage, blanc **d'étalonnage** et liquide porteur « carrier »)

Dans une fiole volumétrique en PP de 1000 ml contenant environ 600 ml d'eau, ajouter 20 ml de HCl concentré et 0,2 ml de la solution d'or de 1000 mg/l. Compléter à 1000 ml avec de l'eau. Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

- 6.8. Solution de rinçage pour le mercure

Dans une fiole volumétrique de 1000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 10 ml de HNO₃ concentré et 5 ml de HCl concentré. Compléter à 1000 ml avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée **trois** mois.

- 6.9. Solution étalon mère de mercure Hg à 10 mg/l (Hg-1)

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 1000 mg/l. Ajouter 200 µl de HCl concentré et 1,0 ml de la solution d'or à 10 mg/l. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée six mois.

6.10. Solution étalon intermédiaire de mercure Hg à 100 µg/l (Hg-2)

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 (Hg-1). Ajouter 200 µl de HCl concentré et 1,0 ml de la solution d'or à 10 mg/l. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution peut être conservée deux mois.

6.11. Solution étalon intermédiaire de mercure Hg à 1 µg/l (Hg-3)

Dans une fiole volumétrique de 250 ml en PP contenant environ 200 ml d'eau, introduire 2,5 ml de la solution étalon intermédiaire à 100 µg/l (Hg-2). Ajouter 5,0 ml de HCl concentré et 2,0 ml de la solution d'or à 10 mg/l. Compléter à 250 ml avec de l'eau.

Cette solution doit être refaite à chaque utilisation.

6.12. Solutions étalons de travail pour le mercure trace

Pour la préparation des étalons de travail, utiliser des fioles volumétriques en PP dûment décontaminées et introduire les volumes suivants des solutions étalons. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Ces solutions doivent être refaites à chaque utilisation.

| Solution | Volume à ajouter (ml) | | | | | | |
|---|-----------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | Étalon 1 | Étalon 2 | Étalon 3 | Étalon 4 | Étalon 5 | Étalon 6 | Étalon 7 |
| Solution intermédiaire Hg à 1 µg/l (Hg-3) | 0,5 | 1,0 | 2,0 | | | | |
| Solution intermédiaire Hg à 100 µg/l (Hg-2) | | | | 0,05 | 0,100 | 0,200 | 0,500 |
| Solution d'or 10 mg/l | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| HCl | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Volume final | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Concentration finale (ng/l) | | | | | | | |
| Hg | 5 | 10 | 20 | 50 | 100 | 200 | 500 |

6.13. Solution de scandium certifiée de 1000 mg/l, Sc (CAS n° 7440-20-2)

6.14. Solution de germanium certifiée de 1000 mg/l, Ge (CAS n° 7440-56-4)

6.15. Solution de rhodium certifiée de 1000 mg/l, Rh (CAS n° 7440-16-6)

- 6.16. Solution de terbium certifiée de 1000 mg/l, Tb (CAS n° 7440-27-9)
- 6.17. Solution de thorium certifiée de 1000 mg/l, Th (CAS n° 7440-29-1)
- 6.18. **Solution de lithium-6 certifiée de 1000 mg/l, Li⁶ (CAS no 7439-93-2)**
- 6.19. Solution mère d'étalon interne

Dans une fiole volumétrique de 500 ml en PP contenant environ 400 ml d'eau et 1,0 ml de HNO₃ concentré, introduire 0,5 ml de chacune des solutions certifiées de 1000 mg/l suivantes : rhodium, terbium **et** thorium. Ajouter également 5,0 ml de la solution certifiée de 1000 mg/l de germanium et 1,0 ml de la solution certifiée de 1000 mg/l de scandium. Compléter à 500 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve jusqu'à épuisement.

- 6.20. Solution de travail étalon interne

Dans une fiole volumétrique de 1000 ml en PP contenant environ 800 ml d'eau, introduire 25 ml de la solution mère d'étalon interne, **0,150 ml de la solution certifiée de lithium-6** et 2,0 ml de HNO₃ concentré. Compléter à 100 ml 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 des échantillons

Aux tubes de 10 ml d'échantillon, ajouter 240 µl de la solution d'or à 10 mg/l.

7.2 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 modes selon les informations suivantes. Le choix des masses, des modes de gaz et les étalons internes retenus peuvent varier en fonction des échantillons et des séquences d'analyse. **Les éléments terbium et thorium de la solution d'étalon interne sont utilisés comme étalons internes pour le dosage du mercure.**

| | Masse | Mode 1 | Mode 2 | Mode 3 |
|----|-------|----------|--------|----------------|
| Hg | 200 | Sans gaz | He | H ₂ |
| | 201 | Sans gaz | He | H ₂ |
| | 202 | Sans gaz | He | H ₂ |

Note : La masse 201 correspond à la somme des masses 200, 201 et 202.

8. Calcul et expression des résultats

Les résultats sont obtenus directement à l'aide du logiciel; ils sont calculés en ng/l à l'aide d'une régression linéaire de la réponse des étalons et sont corrigés par les étalons internes. Au besoin, on doit réintégrer les données en suivant le programme du logiciel. **Si nécessaire, multiplier par le facteur de dilution.**

9. 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 répliqués | Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou répliqués) 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 étant 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.

10. Bibliographie

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION et WATER ENVIRONMENT FEDERATION, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 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 Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, édition courante, [En ligne], [https://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 du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, édition courante, [En ligne], [https://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/pala/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf].



**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 

