

2011

Détermination de métaux dans l'air des lieux de travail par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)

Larivière Pierre

Bisson Marie-France

Barrette Marie-Claude

Lesage Jacques

Suivez ce contenu et d'autres travaux à l'adresse suivante: <https://pharesst.irsst.qc.ca/environnementales>

Citation recommandée

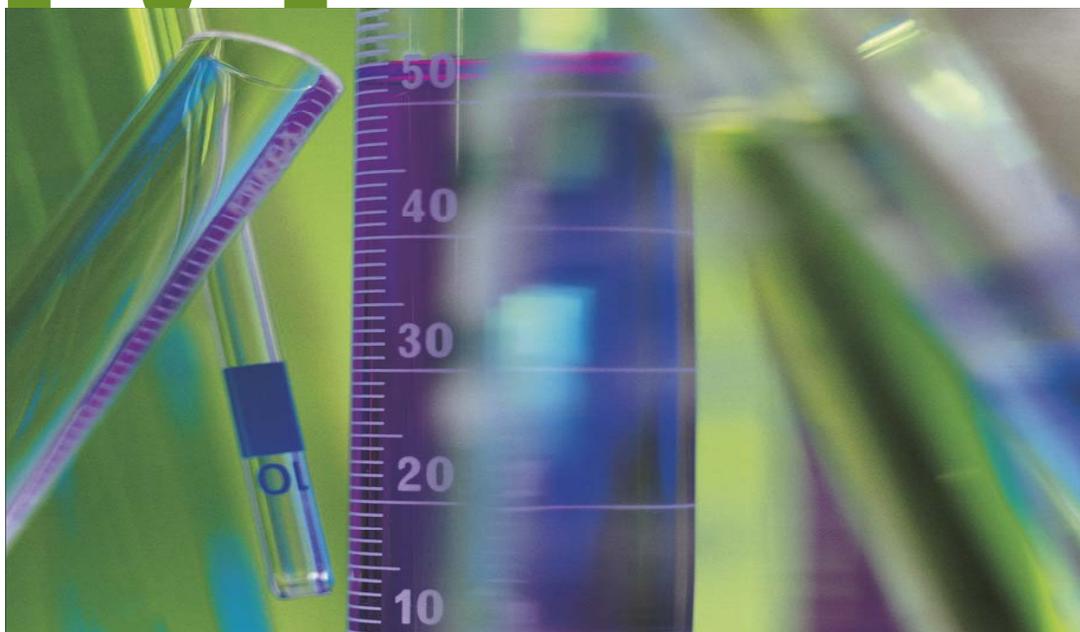
Larivière, P., Bisson, M.-F., Barrette, M.-C. et Lesage, J. (2010). *Détermination de métaux dans l'air des lieux de travail par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)* (Méthode analytique n° MA-362). IRSST.

Ce document vous est proposé en libre accès et gratuitement par PhareSST. Il a été accepté pour inclusion dans Environnementales par un administrateur autorisé de PhareSST. Pour plus d'informations, veuillez contacter pharesst@irsst.qc.ca.

Méthodes de laboratoire

Détermination de métaux dans l'air des lieux
de travail par spectrométrie de masse
avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)

MÉTHODE ANALYTIQUE 362



Applicabilité

Cette méthode s'applique à la détermination de plusieurs métaux et de leurs composés dans l'air des lieux de travail.

Norme

Voir Règlement sur la santé et la sécurité de travail (RSST).

Système d'échantillonnage

Filtre ECM 0,8 μ m, 25 et 37mm.

Volume et débit d'échantillonnage recommandés

180L à 1,5 L/min.

Technique analytique

Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS).

Valeur minimale rapportée (VMR)

Voir Annexe 1.

Domaine d'application

Voir Annexe 1.

Fidélité

Voir Annexe 1.

Incertitude analytique (CV_A et CV_E)

Voir Annexe 1.



Solidement implanté au Québec depuis 1980, l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST) est un organisme de recherche scientifique reconnu internationalement pour la qualité de ses travaux.

NOS RECHERCHES

travaillent pour vous !

Mission

Contribuer, par la recherche, à la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles ainsi qu'à la réadaptation des travailleurs qui en sont victimes.

Offrir les services de laboratoires et l'expertise nécessaires à l'action du réseau public de prévention en santé et en sécurité du travail.

Assurer la diffusion des connaissances, jouer un rôle de référence scientifique et d'expert.

Doté d'un conseil d'administration paritaire où siègent en nombre égal des représentants des employeurs et des travailleurs, l'IRSST est financé par la Commission de la santé et de la sécurité du travail.

Pour en savoir plus

Visitez notre site Web ! Vous y trouverez une information complète et à jour.

De plus, toutes les publications éditées par l'IRSST peuvent être téléchargées gratuitement. www.irsst.qc.ca

Pour connaître l'actualité de la recherche menée ou financée par l'IRSST, abonnez-vous gratuitement au magazine Prévention au travail, publié conjointement par l'Institut et la CSST. Abonnement : 1-877-221-7046

Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales
2010
ISBN : 978-2-89631-514-7 (PDF)
ISSN : 0820-8395

IRSST - Direction des communications
505, boul. De Maisonneuve Ouest
Montréal (Québec)
H3A 3C2
Téléphone : 514 288-1551
Télécopieur : 514 288-7636
publications@irsst.qc.ca
www.irsst.qc.ca
© Institut de recherche Robert-Sauvé
en santé et en sécurité du travail,
2010



Méthodes de laboratoire

Détermination de métaux dans l'air des lieux de travail par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)

MÉTHODE ANALYTIQUE 362

Avis de non-responsabilité

L'IRSST ne donne aucune garantie relative à l'exactitude, la fiabilité ou le caractère exhaustif de l'information contenue dans ce document.

En aucun cas l'IRSST ne saurait être tenu responsable pour tout dommage corporel, moral ou matériel résultant de l'utilisation de cette information.

Notez que les contenus des documents sont protégés par les législations canadiennes applicables en matière de propriété intellectuelle.

Les méthodes d'analyses ou d'étalonnage sont celles mises au point ou retenues par l'IRSST pour l'exécution de ses différents mandats. Elles peuvent requérir l'utilisation de matériels, d'opérations ou d'équipements dangereux. Ces méthodes n'ont pas pour but de mentionner tous les problèmes de sécurité associés avec leur utilisation. C'est la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de santé et de sécurité appropriées. L'utilisation des données incluses dans ces méthodes se fera aux seuls risques de l'utilisateur : l'IRSST se dégage de toute responsabilité relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de telle utilisation et de telle application. Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication.

Responsable technique de la méthode

*Pierre Larivière, M.Sc. chimiste
et Marie-France Bisson, technicienne,
Services et expertises de laboratoire, IRSST*

Approbation

*Pierre Larivière, M.Sc. chimiste
Services et expertises de laboratoire, IRSST*

*Marie-Claude Barrette, M.Sc. chimiste
responsable du programme d'assurance qualité,
Services et expertises de laboratoire, IRSST*

*Jacques Lesage, M.Sc. chimiste
directeur,
Services et expertises de laboratoire, IRSST*

Autorisation pour publication

*Marie Larue, M.Sc.,
présidente-directrice générale,
Présidence-direction générale, IRSST*



Ce document est également disponible
sur le site Web de l'IRSST à l'adresse suivante:
http://www.irsst.qc.ca/fr/methodes_par_type.html

Ce document technique a été financé par l'IRSST. Les conclusions et recommandations sont celles des auteurs.

CONFORMÉMENT AUX POLITIQUES DE L'IRSST

Les résultats des travaux de recherche publiés dans ce document
ont fait l'objet d'une évaluation par des pairs.

TABLE DES MATIÈRES

Préambule	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe de la méthode	2
3. Interférences.....	2
4. Matériel	3
5. Réactifs.....	5
6. Échantillonnage	6
7. Protocole analytique.....	7
7.1 Solutions analytiques	7
7.2 Préparation des échantillons	8
7.3 Vérification des critères de performance de l'ICP-MS	10
7.4 Étalonnage	10
7.5 Contrôle de qualité	12
7.6 Analyse	13
8. Calculs	15
9. Paramètres de performance.....	15
9.1 Limite de détection, limite de quantification et valeur minimale rapportée (VMR)	15
9.2 Récupération	15
9.3 Fidélité	15
9.4 Exactitude	16
9.5 Incertitude de mesure	16
10. Références	16

Préambule

La [Loi sur la santé et la sécurité du travail](#) au Québec a comme objet l'élimination à la source des dangers pour la santé, la sécurité et l'intégrité physique des travailleurs. Des valeurs d'exposition admissibles (VEA) aux substances chimiques ont été fixées à l'annexe 1 du [Règlement sur la santé et la sécurité de travail](#) (RSST). L'article 44 de ce règlement intitulé « *Méthodes* » spécifie que :

« ... Ces gaz, ces fumées, ces vapeurs, ces poussières et ces brouillards présents dans le milieu de travail doivent être prélevés et analysés de manière à obtenir une précision équivalente à celle obtenue en appliquant les *méthodes* décrites dans le Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail publié par l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail ... »

Pour atteindre ces objectifs, des méthodes d'analyse visant à quantifier le degré d'exposition des travailleurs sont développées et rédigées pour implanter les moyens de contrôle adéquats. Afin d'assister les intervenants en milieu de travail, l'IRSST publie, révisé périodiquement et diffuse le [Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail](#) et la direction Services et expertises de laboratoire publie des méthodes d'analyses des contaminants.

Ces méthodes doivent être utilisées de concert avec les références réglementaires et normatives suivantes :

- ✓ *Loi sur la santé et la sécurité du travail*. L.R.Q., chapitre S-2.1. Éditeur officiel du Québec, (1^{er} août 2007).
http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=/S_2_1/S2_1.html
- ✓ *Règlement sur la santé et la sécurité du travail*. S-2.1, r.19.01, Décret 885-2001. Éditeur officiel du Québec (25 juillet 2007).
http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=%2F%2FS_2_1%2FS2_1R19_01.htm
- ✓ *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*. Direction des opérations, IRSST, T-06 Guide technique, Montréal, Québec, (mars 2005).
<http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
- ✓ NIOSH, National Institute for Occupational Safety and Health.
- ✓ ISO Guide 30, Termes et définitions utilisés en rapport avec les matériaux de référence, 2^e édition, 1992.
- ✓ ISO, Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie, 2^e édition, 1993.
- ✓ American Industrial Hygiene Association (AIHA), organisme qui accrédite le laboratoire de l'IRSST dans le domaine de l'analyse des contaminants chimiques et microbiologique en milieu de travail.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination de différents métaux présents dans les particules en suspension dans l'air par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS). Les essais pour la mise au point de la méthode ont été effectués sur un ICP-MS de marque PerkinElmer Elan DRC II. Le domaine d'étalonnage pour chacun des métaux se situe dans les limites présentées dans le tableau suivant.

Éléments	Isotope utilisé	Limite inférieure		Limite supérieure	
		(µg/L)	(mg/m ³) ¹	(µg/L)	(mg/m ³) ¹
Aluminium	²⁷ Al	100	0,006	2000	0,11
Cadmium	¹¹⁴ Cd	0,5	0,00003	10	0,00060
Chrome	⁵² Cr	10	0,0006	200	0,011
Cobalt	⁵⁹ Co	0,4	0,00002	8	0,00044
Cuivre	⁶³ Cu	4	0,0002	80	0,0044
Fer	⁵⁷ Fe	100	0,006	2000	0,11
Magnésium	²⁶ Mg	20	0,001	400	0,022
Manganèse	⁵⁵ Mn	10	0,0006	200	0,011
Nickel	⁶⁰ Ni	20	0,001	400	0,022
Plomb ²	²⁰⁶ Pb, ²⁰⁷ Pb et Pb ²⁰⁸	1	0,0001	20	0,0011
Vanadium	⁵¹ V	1	0,0001	20	0,0011
Zinc	⁶⁶ Zn	10	0,0006	200	0,011

¹ Concentration pour un volume final de 10 mL et un volume d'échantillonnage de 180 L

² Les signaux des trois isotopes sont additionnés en raison de la variation naturelle des abondances individuelles

Le document présente également le mode opératoire de la méthode, les contrôles de performance et propose une séquence d'analyse de routine.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Conformément aux paramètres décrits dans le [Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail](#), les particules en suspension dans l'air contenant différents métaux et leurs composés sont recueillies par le passage d'un volume d'air à travers un filtre d'esters de cellulose mélangée (ECM). Le filtre et l'échantillon recueillis sont ensuite traités de façon à solubiliser les différents métaux et leurs composés. La solution d'échantillon est ensuite analysée par ICP-MS. L'ICP-MS étant une technique d'analyses relative, le facteur de proportionnalité entre la réponse et la concentration de l'élément est déterminé en analysant des solutions étalons.

3. INTERFÉRENCES

On distingue deux types d'interférences, spectrales et non spectrales. Les interférences spectrales les plus communes sont les interférences polyatomiques (ou moléculaires) produites par la combinaison de deux ou plus ions atomiques qui ont le même rapport masse/charge nominal que l'isotope d'intérêt.

Ces ions sont généralement formés dans le plasma ou le système d'interface à partir des gaz vecteurs ou des constituants de l'échantillon.

Les interférences isobariques quant à elles sont provoquées par des isotopes de différents éléments qui forment des ions à charge unique ou double ayant le même rapport masse/charge nominal.

Les interférences non spectrales, généralement appelées effets de matrice, peuvent trouver leur origine dans trois processus ou lieux différents: dans le processus de nébulisation, dans le plasma ou dans la zone de l'interface et de la lentille. Ce type d'interférences inclut également l'obturation du nébuliseur, du tube injecteur de la torche et des cônes (échantillonneur et écorceur) en raison des concentrations élevées en sel dissous.

Plusieurs stratégies permettent d'éliminer et/ou de diminuer ces interférences. Les différentes stratégies utilisées dans cette méthode d'analyse pour diminuer ou éliminer les interférences sont :

- L'application d'équations mathématiques de correction;
- L'utilisation d'une cellule à réaction;
- La réduction de la teneur en eau dans le plasma, afin de diminuer le niveau de tous les types d'interférences dues aux oxydes. Cette réduction est obtenue en abaissant la température de la chambre de nébulisation entre 2 °C à 5 °C par effet Peltier;
- L'ajout d'un standard interne aux solutions d'étalonnage et aux échantillons de même que l'appariement de la composition (matrice) des solutions d'étalonnage et celle des solutions d'échantillon;
- Et l'optimisation des conditions d'analyse, afin de maximiser le rapport entre le signal analytique et le signal d'interférence (puissance du plasma, débit du gaz vecteur d'échantillonnage, débit de prélèvement de l'échantillon, distance entre la torche et le sommet du cône échantillonneur, temps de rinçage entre deux solutions, etc.)

4. MATÉRIEL

NOTE 1 - Il est recommandé d'utiliser de la vaisselle en plastique de type PP (polypropylène) ou PE (polyéthylène).

NOTE 2 - Toute la vaisselle réutilisable doit être lavée soigneusement avant utilisation et décontaminée par trempage dans de l'acide nitrique dilué (par exemple : HNO₃ 10%) pendant au moins 12 heures puis rincée plusieurs fois avec de l'eau déminéralisée.

NOTE 3 - Toute la vaisselle jetable doit faire préalablement l'objet d'un contrôle visant à déceler la présence des différents éléments à déterminer.

- Marqueur feutre;
- Gants imperméables à usage unique (sans poudre), par exemple en nitrile, pour empêcher toute possibilité de contamination par les mains et le contact avec des substances corrosives;
- Bêchers de digestion de 50 mL en Téflon, pour la mise en solution des échantillons;
NOTE 4 - Les bêchers sont préalablement décontaminés par chauffage à reflux avec du HNO₃ concentré à 120°C pendant 2 heures.
- Pince non métallique, pour retirer les filtres des cassettes;
- Distributeurs pour les acides;
- Plaque chauffante agitatrice, à commande thermostatique, pouvant maintenir une température de surface d'au moins 200°C;
NOTE 5 - La température de surface peut varier considérablement selon la position sur la plaque chauffante. Il peut donc être utile de caractériser les performances de la plaque chauffante avant utilisation.
- Flacon laveur;
- Pipettes volumétriques à piston avec pointes jetables, pour la préparation des solutions d'étalonnage, des solutions de contrôle d'étalonnage et la dilution des solutions d'échantillons;
- Ballons jaugés de volumes appropriés avec bouchons correspondants;
- Éprouvettes jaugées à usage unique, compatibles avec le passeur d'échantillons;
- Éprouvettes de dilution à usage unique, compatibles avec le passeur d'échantillons;
- Seringues, en polypropylène, d'une capacité de 10 mL, avec filtre incorporant une membrane de porosité inférieure ou égale à 0,8µm, à usage unique);
NOTE 6 - La méthode de digestion ne permettant pas toujours d'obtenir une mise en solution complète de l'échantillon, le matériel non dissous peut être éliminé de la solution d'échantillon par filtration.
- Bouteilles d'entreposage avec bouchons correspondants;
- Spectromètre de masse à plasma d'argon induit (PerkinElmer Elan DRC II) de type quadripôle muni d'une cellule à réaction, de cônes en platine, le tout interfacé à un système informatique. L'acquisition et le traitement des données est effectuée par le logiciel ELAN de la compagnie PerkinElmer;
 - Pompe péristaltique à trois canaux;
 - Tube en PVC noir/noir (2 ponts, calibré à 0,32 mL/min) pour la solution d'entraînement « Carrier Solution »;
 - Tube en PVC orange/vert (2 ponts, calibré à 0,1 mL/min) pour le standard interne;
 - T de mélange pour l'échantillon et standard interne;
 - Valve d'injection avec boucle d'échantillonnage de 2 mL;
 - Chambre de nébulisation cyclonique en quartz refroidi par effet Peltier avec nébuliseur en Téflon™ PFA;
 - Tube d'injection en saphir de 1,8 mm avec torche en quartz.
- Passeur d'échantillons avec station de rinçage SC-2 Fast de marque ESI muni d'une sonde d'échantillonnage inerte de 0,8 mm;
- Argon et ammoniac de pureté adéquate;
- Membranes ECM 37 mm pour les contrôles de qualité sur filtre.

5. RÉACTIFS

NOTE 7 - La concentration des éléments à déterminer qu'on retrouve dans les réactifs, l'eau et les acides doivent idéalement être négligeable en comparaison avec la plus faible concentration à déterminer.

NOTE 8 - Utiliser des solutions commerciales présentant une concentration certifiée et garantissant une traçabilité aux étalons nationaux.

NOTE 9 - Les solutions commerciales servant à préparer les solutions de contrôle d'étalonnage et les échantillons de contrôle sur filtre doivent idéalement provenir d'un manufacturier différent de celui utilisé pour les standards d'étalonnage, sinon d'un lot différent ou en dernier recours d'une solution intermédiaire différente.

- **Eau** de résistivité égale ou supérieure à 18 M Ω -cm (à 25°C) et filtration finale sur du 0,1 μ pour toutes les préparations et dilutions d'échantillon (CAS 7732-18-5);
- **Acide nitrique** (HNO₃) concentré, par exemple de marque Fisher, grade TraceMetal (CAS N° 7697-37-2);
AVERTISSEMENT - L'acide nitrique concentré est corrosif et oxydant et les vapeurs d'acide nitrique sont irritantes. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de vapeurs. Utiliser un équipement de protection individuelle (gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide nitrique concentré ou dilué.
- **Acide perchlorique** (HClO₄) concentré, par exemple de marque J.T. Baker, grade InstraAnalyzed (CAS N° 7601-90-3);
AVERTISSEMENT - L'acide perchlorique est corrosif et comburant et ses fumées sont irritantes. Éviter toute exposition par le contact avec la peau et les yeux, ou par inhalation de fumées. Utiliser un équipement de protection individuelle adéquat (y compris gants, écran facial ou lunettes de protection adéquats, etc.) lors de tout travail avec de l'acide perchlorique concentré ou dilué, et effectuer la mise en solution avec de l'acide perchlorique sous une hotte avec épurateur spécialement conçu pour une utilisation avec de l'acide perchlorique.
- **Acide chlorhydrique** (HCl) concentré, par exemple de marque Fisher, grade Optima (CAS N° 7647-01-0);
AVERTISSEMENT - L'acide chlorhydrique concentré est corrosif et les vapeurs d'acide chlorhydrique sont irritantes. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de vapeurs. Utiliser un équipement de protection individuelle adéquat (par exemple gants, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide chlorhydrique concentré ou dilué. Manipuler des récipients ouverts contenant de l'acide chlorhydrique concentré sous une hotte. La pression de vapeur de l'acide chlorhydrique est élevée, par conséquent, prendre garde à la pression créée dans les fioles bouchées lors de la préparation de mélanges acide chlorhydrique/eau.

- **Peroxyde d'hydrogène** (H₂O₂), par exemple de marque EMD, qualité Supra (CAS N° 7722-84-1);
AVERTISSEMENT - Le peroxyde d'hydrogène est corrosif et comburant. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux. Utiliser un équipement de protection individuelle (y compris gants, écran facial ou lunettes de protection adéquats, etc.) lors de tout travail avec du peroxyde d'hydrogène.
- **Solution commerciale multi-élémentaire pour l'optimisation de l'instrument et des masses** (par exemple : SPEX Tuning Solution, qualité Claritas à 10 mg/L). Cette solution contient du Ba, Be, Ce, Co, In, Li, Mg, Pb, Rh, Tl, U et Y.
- **Solution commerciale multi-élémentaire pour le standard interne** (par exemple : SPEX Internal Standard Solution, qualité Claritas à 10 mg/L). Cette solution contient du Li⁶, Sc, Ge, Y, In, Tb et Bi.
- **Solution commerciale multi-élémentaire « Custom made » pour la préparation des solutions étalons** (par exemple : SPEX CertiPrep, qualité Claritas de concentrations correspondantes au besoin pour chaque élément). Cette solution contient de Al, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, V et Zn;
- **Solution commerciale multi-élémentaire « Custom made » pour la préparation des solutions de contrôle d'étalonnage et des échantillons de contrôle sur filtre** (par exemple : SCP Science, qualité PlasmaCal de concentrations correspondantes au besoin pour chaque élément). Cette solution contient de Al, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, V et Zn;
- **Triton X-100**, par exemple de marque Sigma, qualité Ultra (CAS N° 09002-93-1).

6. ÉCHANTILLONNAGE

Les différents éléments et leurs composés en suspension dans l'air sont prélevés à l'aide d'une cassette contenant une membrane d'esters de cellulose mélangées (ECM) d'une porosité de 0,8µm en utilisant une pompe d'échantillonnage dont le débit a été réglé préalablement. Pour chaque série d'échantillons, une cassette témoin contenant une membrane provenant du même lot doit être prévue. Ce témoin doit être traité de la même manière que les cassettes utilisées pour l'échantillonnage pour tout ce qui concerne le stockage et le transport vers le point d'échantillonnage, mais ne doit pas servir à l'échantillonnage. Les échantillons sont conservés à la température ambiante. Les paramètres d'échantillonnage recommandés sont décrits ci-dessous:

- Débit : 1,5 L/min
- Volume : 180L

Ces paramètres tiennent compte de la norme d'exposition, de la sensibilité de la méthode analytique et de la capacité du système d'échantillonnage, mais pour s'adapter aux contraintes du milieu, le volume d'échantillonnage peut être modifié. Toutefois lorsque des concentrations élevées de particules en suspension dans l'air sont anticipées, la période d'échantillonnage devrait être plus courte pour éviter de surcharger le filtre.

La période d'échantillonnage doit être aussi suffisamment longue pour permettre la détermination des différents éléments à des niveaux significatifs pour l'hygiène industrielle. Le temps d'échantillonnage minimal nécessaire pour que la quantité prélevée soit supérieure à la valeur minimum rapportée de la méthode d'analyse pour une valeur d'exposition moyenne pondérée estimée, est calculée à l'aide de l'équation suivante:

$$T_{\min} = VMR / VE \times VEMP \times Q \quad [1]$$

où

T_{\min}	est la durée minimale de l'échantillonnage, en minutes (min)
VMR	est la valeur minimum rapportée de la méthode analytique, en μg
VE	est la valeur d'exposition moyenne pondérée estimée, en fraction décimale (par exemple, 0,1 pour 10% de la norme)
$VEMP$	est la valeur d'exposition moyenne pondérée, en mg/m^3
Q	est le débit recommandé pour l'échantillonnage, en L/min

7. PROTOCOLE ANALYTIQUE

7.1 Solutions analytiques

NOTE 10 - La stabilité des solutions dépend de plusieurs facteurs, par exemple la concentration de l'élément, la matrice d'essai, la nature du récipient d'entreposage et les conditions de conservation. Préparer des solutions fraîches chaque jour ou les conserver pendant une durée maximale déterminée à partir des résultats d'expériences de stabilité.

- Solution HNO_3 1% v/v;
- Solution HNO_3 3% v/v;
- Solution mixte de HNO_3 et HClO_4 concentré [4 :1];
- Solution pour l'optimisation de l'instrument à 1 $\mu\text{g}/\text{L}$ dans HNO_3 1% v/v;
- Solution pour l'étalonnage des masses à 10 $\mu\text{g}/\text{L}$ dans HNO_3 1% v/v;
- Solution de standard interne à 200 $\mu\text{g}/\text{L}$ dans HNO_3 1% v/v;
- Solutions de travail de concentrations intermédiaires pour la préparation des solutions d'étalonnage;

Préparer, si nécessaire, une ou plusieurs solutions de concentrations intermédiaires multi-élémentaires en introduisant précisément à la pipette le volume nécessaire de la solution « stock » multi-élémentaire dans une fiole jaugée de volume adéquat contenant une quantité de HNO_3 1% v/v. Compléter jusqu'à environ 90% du volume de la fiole avec de HNO_3 1% v/v, boucher puis remuer pour mélanger. Laisser refroidir à température ambiante, compléter au trait avec le même HNO_3 1% v/v, boucher et bien mélanger.

- **Solutions d'étalonnage multi-élémentaires dans HNO₃ 1% v/v;**
À partir des solutions de concentrations intermédiaires multi-élémentaires pour solutions d'étalonnage, préparer un ensemble de solutions d'étalonnage couvrant la gamme de concentrations de chacun des éléments de la méthode d'analyse en introduisant précisément à la pipette le volume approprié dans une fiole jaugée de volume adéquat contenant une quantité de HNO₃ 1% v/v. Compléter jusqu'à environ 90% du volume de la fiole avec de HNO₃ 1% v/v, boucher puis remuer pour mélanger. Laisser refroidir à température ambiante, compléter au trait avec le même HNO₃ 1% v/v, boucher et bien mélanger. Il est recommandé de préparer au moins trois solutions d'étalonnage. Préparer également une solution de blanc d'étalonnage.
- **Solutions de travail de concentrations intermédiaires pour la préparation des solutions de contrôle d'étalonnage et contrôle sur filtre;**
Préparer, si nécessaire, une ou plusieurs solutions de concentrations intermédiaires en introduisant précisément à la pipette le volume nécessaire de la solution « stock » multi-élémentaire dans une fiole jaugée de volume adéquat contenant une quantité de HNO₃ 1% v/v. *La solution « stock » multi-élémentaire doit idéalement provenir d'un manufacturier différent de celui utilisé pour la préparation des solutions d'étalonnage, sinon d'un lot différent du même manufacturier ou en dernier recours d'une préparation différente à partir de la même solution.* Compléter jusqu'à environ 90% du volume de la fiole avec de HNO₃ 1% v/v, boucher puis remuer pour mélanger. Laisser refroidir à température ambiante, compléter au trait avec le même HNO₃ 1% v/v, boucher et bien mélanger.
- **Solutions de contrôle d'étalonnage et contrôle sur filtre multi-élémentaires dans HNO₃ 1% v/v;**
Deux solutions de contrôle d'étalonnage et une solution pour enrichir les filtres sont nécessaires (voir section 7.5). À partir des solutions de concentrations intermédiaires multi-élémentaires pour contrôles, préparer les solutions en introduisant précisément à la pipette le volume nécessaire dans une fiole jaugée de volume adéquat contenant une quantité de HNO₃ 1% v/v. Compléter jusqu'à environ 90% du volume de la fiole avec de HNO₃ 1% v/v, boucher puis remuer pour mélanger. Laisser refroidir à température ambiante, compléter au trait avec le même HNO₃ 1% v/v, boucher et bien mélanger.
- **Solution de travail de Triton X-100 1% v/v dans HNO₃ 1% v/v;**
- **Solution de rinçage de Triton X-100 à 0,001% v/v dans HNO₃ 3% v/v.**

7.2 Préparation des échantillons

NOTE 11 - La préparation des échantillons doit se faire sous une hotte.

NOTE 12 - Il est recommandé de porter des gants en nitrile à usage unique pendant la préparation des échantillons, afin d'empêcher toute possibilité de contamination par les mains et pour les protéger contre le contact avec des substances toxiques et corrosives.

NOTE 13 - Noter dans les enregistrements du laboratoire, toute remarque pertinente concernant l'état de l'échantillon et/ou observée lors de la mise en solution de l'échantillon.

- Ouvrir les cassettes et transférer, en utilisant une paire de pinces propres, chaque filtre dans un bécher de digestion numéroté au numéro de l'échantillon correspondant. Suivre le même mode opératoire pour les témoins de terrain et contrôles de qualité sur filtre;
NOTE 14 - S'il y a perte de poussières lors du transfert dans le contenant de digestion, une note appropriée est ajoutée dans les enregistrements du laboratoire afin de consigner par écrit cette observation et le client est informé dans le rapport d'analyse.
- Rincer avec 6 mL (3 x 2 mL) du mélange d' HNO_3 et HClO_4 concentré (4:1), les surfaces internes de la cassette (section inlet), pour entraîner toute particule y adhérant dans le bécher correspondant;
- Laisser reposer les béchers un minimum de 30 minutes;
- Placer les béchers sur une plaque chauffante à 150°C , puis évaporer en agitant jusqu'à ce qu'il reste environ 1 mL d'acide;
NOTE 15 - Si la solution fonce en s'évaporant, ajouter lentement du HNO_3 concentré goutte à goutte jusqu'à ce qu'elle devienne incolore ou légèrement jaunâtre. Attention : des éclaboussures peuvent se produire si le HNO_3 concentré est versé trop rapidement, entraînant des pertes d'échantillon.
- Retirer les béchers de la plaque chauffante et laisser refroidir les solutions;
- Ajouter lentement 1 mL de H_2O_2 dans chaque bécher et laisser reposer 5 minutes;
- Remettre les béchers sur la plaque puis évaporer jusqu'à ce qu'il reste environ 1 mL;
- Retirer les béchers de la plaque chauffante et laisser bien refroidir les solutions;
- Ajouter lentement 5 mL de HCl concentré en rinçant l'intérieur de chaque bécher;
NOTE 16 - Cette étape produit un dégagement de vapeurs irritantes.
- Remettre les béchers sur la plaque chauffante à 150°C puis évaporer à sec en agitant;
NOTE 17 - Ne pas laisser les résidus se carboniser.
- Retirer les béchers de la plaque chauffante et laisser les refroidir;
- Rincer soigneusement les parois de chaque bécher avec quelques mL de HNO_3 1%;
- Remettre les béchers sur la plaque et chauffer pendant quelques minutes en agitant pour remettre le résidu en solution;
- Transférer le contenu dans une éprouvette jaugée. Rincer le bécher 3 fois avec quelques millilitres de HNO_3 1% en transférant quantitativement après chacun des rinçages;
- Mettre les bouchons sur les éprouvettes et laisser refroidir à température ambiante;
- Jauger à 10 mL les éprouvettes avec du HNO_3 1% v/v, boucher puis conserver pour une analyse ultérieure;
NOTE 18 - La méthode de digestion ne permet pas toujours d'obtenir une mise en solution complète de l'échantillon. Le matériau restant non digéré est alors éliminé de la solution d'échantillon par filtration. Une note appropriée est ajoutée dans les enregistrements du laboratoire afin de consigner par écrit cette observation et le client est informé dans le rapport d'analyse.

7.3 Vérification des critères de performance de l'ICP-MS

Avant d'activer le plasma, il est souhaitable de contrôler visuellement certaines parties de l'instrument: dépôts excessifs sur les cônes, propreté de la torche, notamment du tube d'introduction et planéité de la tuyauterie de la pompe péristaltique. Il convient aussi de changer et/ou nettoyer les cônes lorsque la présence de dépôts est jugée excessive, en cas de sensibilité insuffisante ou lorsque le niveau d'ions polyatomiques et/ou d'ions doublement chargés est trop important.

Les recommandations du fabricant pour la mise sous tension de l'instrument doivent être suivies, par exemple, en ce qui concerne le respect des conditions requises pour l'environnement de laboratoire, les exigences relatives à la puissance électrique, à l'eau de refroidissement, à la ventilation d'extraction, au temps de préchauffage, etc.

Une fois les contrôles visuels effectués, activer le plasma et laisser l'instrument se réchauffer un minimum de 30 minutes avant son utilisation. Il est souhaitable d'aspirer la solution de blanc d'étalonnage dans le plasma pendant la période de réchauffement afin d'éviter une modification des conditions du plasma pendant l'analyse.

Paramétrer l'instrument conformément aux spécifications du fabricant pour la vérification des performances et lancer l'application. Les résultats de performance doivent être égaux ou supérieurs à ceux du fabricant, sinon des ajustements sur les différents paramètres de l'ICP-MS doivent être effectués et la vérification doit être recommencée. L'instrument doit être réglé pour réduire au minimum les effets interférents (formation d'oxydes, formation d'ions à doublet de charge, par exemple) et obtenir une sensibilité suffisante.

La vérification des performances de l'instrument est effectuée quotidiennement, avant l'analyse des échantillons, par aspiration d'une solution d'optimisation prescrite d'éléments. L'étalonnage des masses et l'alignement des deux détecteurs (réponse linéaire) doivent être effectués aussi souvent que cela est requis par le fabricant ou selon l'historique des performances de l'instrument.

7.4 Étalonnage

L'instrument est étalonné en mesurant, dans l'ordre croissant de concentration, l'intensité des différents étalons de concentrations connues. Une fois les étalons analysés, le logiciel d'acquisition de données produit une courbe d'étalonnage, de type $mx+b$, de la concentration de l'élément en ordonnée et du signal en abscisse. Typiquement, une solution de blanc d'étalonnage et trois solutions étalons sont analysées pour produire la courbe d'étalonnage. Il est rarement nécessaire d'effectuer un étalonnage avec plus de cinq solutions. Il est recommandé de soustraire le signal provenant de la solution du blanc d'étalonnage des autres solutions d'étalonnage.

Le coefficient de corrélation (r), qui traduit l'ajustement des estimations de l'équation de régression linéaire, devrait être supérieur à 0,995. Si r est inférieur à cette valeur, les standards d'étalonnage devraient être ré-analysés ou refaits pour atteindre cette valeur. Il peut être possible de supprimer un point d'étalonnage et de retraiter les données pour obtenir un coefficient de corrélation $>$ à 0,995, mais il convient de respecter le nombre minimal de 4 points d'étalonnage (la solution de blanc d'étalonnage et trois solutions étalons).

Toutes les solutions d'étalonnage, solutions de contrôle, solution de standard interne et échantillons sont acheminés au nébuliseur par une pompe péristaltique à plusieurs canaux.

La solution de standard interne est ajoutée et mélangée dans toutes les solutions avant l'analyse à l'aide d'un raccord en T et de la pompe péristaltique. Le mélange est ensuite dirigé vers le nébuliseur. Le rapport du mélange échantillon / standard interne est respectivement de 5 pour 1.

Avant et après chaque analyse, les tubulures du système sont rincées avec une solution mixte de Triton X-100 0,001% et HNO_3 3% (v/v). Les principaux paramètres analytiques de l'instrument sont indiqués dans les tableaux suivants.

PARAMÈTRES	VALEUR
Puissance du plasma (Watts)	1200
Débit d'argon (L/min)	15
Débit du gaz auxiliaire (L/min)	1.2
Débit du gaz au nébuliseur (L/min)	~ 0.9
Mode d'acquisition	Peak hopping
Balayages i.e. "Sweeps » (par lecture)	10
Lectures i.e. "Readings" (par réplikat)	1
Réplikat	3
Mode d'analyse	Standard et DRC
Étalonnage	Étalonnage externe
Mode du détecteur	Pulse

Isotope	Équations de correction	Standard interne	Mode	Débit (mL)	Rpa ¹	Rpq
²⁷ Al		Sc	Standard	0	0,015	0,25
¹¹⁴ Cd	-0,027250*Sn118	In	Standard	0	0	0,25
⁵² Cr		Ge	Standard	0	0	0,25
⁵⁹ Co		In	DRC-NH ₃	0,4	0,046	0,6
⁶³ Cu		Ge	Standard	0	0	0,25
⁵⁷ Fe		Ge	Standard	0	0	0,25
²⁶ Mg		Sc	Standard	0	0	0,25
⁵⁵ Mn		Ge	Standard	0	0,0127	0,25
⁶⁰ Ni		In	DRC-NH ₃	0,4	0	0,75
²⁰⁸ Pb	1*Pb ²⁰⁶ +1*Pb ²⁰⁷	Bi	Standard	0	0	0,25
⁵¹ V		In	DRC-NH ₃	0,4	0	0,6
⁶⁶ Zn	-0,035297*Ni ⁶⁰	Ge	Standard	0	0	0,25

¹ La valeur du Rpa peut varier en fonction de l'optimisation du système. Il est important de limiter le nombre de compte du dernier point de courbe à 2 000 000 cps afin de ne pas saturer le détecteur en mode pulse.

7.5 Contrôle de qualité

Plusieurs types de contrôles sont analysés au cours de la séquence d'analyse afin de vérifier l'étalonnage et la variation de la sensibilité. Chaque contrôle doit répondre aux critères établis pour ce contrôle et tout dépassement ou déviation doit être documenté et des actions adéquates prévues par le système qualité devront être entreprises.

La solution commerciale servant à préparer les solutions de contrôle d'étalonnage, de valeur minimum rapportée et de contrôle sur filtre doit idéalement provenir d'un manufacturier différent de celui utilisé pour la préparation des solutions d'étalonnage, sinon d'un lot différent du même manufacturier ou en dernier recours d'une solution intermédiaire différente du même manufacturier.

Solution de contrôle d'étalonnage initial (ICV). Les contrôles d'étalonnage sont des solutions qui sont analysés juste après l'étalonnage de l'instrument. Deux solutions sont recommandées et leurs concentrations se situent à environ 25% (ICV-L) et 75% (ICV-H) de la concentration de l'étalon le plus élevé.

Solution de contrôle de blanc d'étalonnage initial (IBV). Le contrôle IBV est la même solution que la solution de blanc d'étalonnage. Il est analysé après les 2 contrôles ICV et les résultats doivent être comparables aux résultats obtenus lors de l'analyse de la solution de blanc d'étalonnage.

Valeur minimum rapportée (VMR). Le contrôle VMR est une solution de contrôle analysée après les contrôles initiaux d'étalonnage. Ce contrôle vérifie la réponse de l'instrument à la valeur minimale rapportée de la méthode analytique.

Solution de contrôle d'étalonnage (CCV). Le contrôle CCV est la même solution que la solution d'étalonnage représentant environ la concentration au milieu de la courbe d'étalonnage. Le CCV est analysé séquentiellement à tous les 10 échantillons.

Solution de contrôle de blanc d'étalonnage (CCB). Le contrôle CCB est la même solution que la solution de blanc d'étalonnage et est analysé après chaque CCV. Les résultats des CCB doivent être comparables aux résultats de la solution de blanc d'étalonnage.

Contrôle de qualité sur filtre (CQ). Ces échantillons de contrôle sont des filtres enrichis des différents éléments à déterminer. Ils suivent toutes les étapes de préparation et d'analyse d'un échantillon. Deux échantillons de contrôle sont digérés et analysés comme échantillon dans la séquence d'analyse. Les résultats sont utilisés pour estimer l'exactitude de la méthode analytique et la réplicabilité (précision) entre les deux contrôles.

Les deux filtres sont enrichis avec 50 µL de la solution de contrôle pour filtre. La quantité en masse (µg) des différents éléments déposés sur le filtre représente environ 50% de la valeur du dernier point d'étalonnage.

Blanc de réactifs (LRB). Le contrôle LRB est une solution d'échantillon qui contient seulement les réactifs. Il suit toutes les étapes de préparation et d'analyse comme un échantillon. Il sert à vérifier si les étapes de préparation amènent une contamination dans les échantillons. Trois (3) blancs de réactifs sont digérés par séquence d'analyse.

7.6 Analyse

Après l'établissement de la courbe d'étalonnage, les blancs de réactifs, les contrôles et les échantillons sont analysés successivement et la concentration des différents éléments présents est déterminée en comparaison avec la courbe d'étalonnage.

La concentration des différents éléments déterminés dans l'échantillon doit se situer dans le domaine d'application de la méthode d'analyse. S'il s'avère que la concentration dans l'échantillon est supérieure à la concentration la plus élevée du domaine d'application, une dilution appropriée de l'échantillon avec un appariement de matrice est effectué puis l'analyse est ré-effectuée de nouveau en tenant compte du facteur de dilution lors des calculs.

D'autre part, si la concentration d'un élément excède de beaucoup la concentration de l'étalon le plus concentré, il devient nécessaire de vérifier l'élimination des différents éléments dans les tubulures (effet mémoire) en analysant la solution de blanc d'étalonnage. Le résultat doit être similaire au résultat obtenu pour la solution de blanc d'étalonnage lors de l'établissement de la courbe d'étalonnage. Un temps de rinçage plus grand corrige habituellement cette situation.

Lors d'une variation de signal du standard interne supérieure à $\pm 25\%$ pour un échantillon, il est important de vérifier si une dilution de cet échantillon modifie significativement le résultat obtenu précédemment.

Les analyses sont effectuées suivant la séquence proposée suivante:

Échantillon	Type d'échantillon
HNO ₃ 1%	Rinçage de la boucle d'injection (3X)
S0	Solution de blanc d'étalonnage
S1	Étalon #1
S2	Étalon #2
S3	Étalon #3
S4	Étalon #4
S5	Étalon #5
ICV-L (à 20% du S5)	Solution de contrôle d'étalonnage initial
ICV-H (à 80% du S5)	Solution de contrôle d'étalonnage initial
IBV	Solution de contrôle du blanc d'étalonnage initial
VMR	Solution de contrôle à la VMR
CQ1	Filtre enrichi digéré
CQ2	Filtre enrichi digéré
LRB #1	Blanc de réactifs #1
LRB #2	Blanc de réactifs #2
LRB #3	Blanc de réactifs #3
5 Échantillons	
CCV	Contrôle continu d'étalonnage
CCB	Contrôle continu du blanc d'étalonnage
10 échantillons	
CCV et CCB	Contrôles continu d'étalonnage
S0 à S5	Blanc d'étalonnage et étalons #1 à #5
ICV-L, ICV-H, IBV, VMR	Contrôles initiaux d'étalonnage
10 échantillons	
CCV et CCB	Contrôles continus d'étalonnage
10 échantillons	
CCV et CCB	Contrôles continus d'étalonnage
S0 à S5	Blanc d'étalonnage et étalons #1 à #5
ICV-L, ICV-H, IBV, VMR	Contrôles initiaux d'étalonnage
10 échantillons	
CCV et CCB	Contrôles continus d'étalonnage
10 échantillons	
CCV et CCB	Contrôles continus d'étalonnage
Etc...	
VMR	Solution de contrôle à la VMR
CCV et CCB	Contrôles continus d'étalonnage
HNO ₃ 1%	Rinçage de la boucle d'injection (3X)

8. CALCULS

Le calcul de la concentration des différents éléments dans l'air aux conditions ambiantes s'effectue à l'aide de l'équation suivante:

$$C = [(C_1 \times V_1 \times F) - (C_0 \times V_0)] / V_é$$

Où	C	est la concentration calculée de l'élément dans l'échantillon, en mg/m ³
	C ₁	est la concentration de l'élément dans l'échantillon, en µg/L
	V ₁	est le volume final de l'échantillon, en Litre (L)
	F	est le facteur de dilution (F=1 en l'absence de dilution)
	C ₀	est la concentration moyenne de l'élément dans les blancs de digestion ¹ (blancs de réactifs et/ou filtres), en µg/L
	V ₀	est le volume final de l'échantillon, en Litre (L)
	V _é	est le volume d'air prélevé de l'échantillon, en Litres (L)

¹ Les résultats des blancs de digestion sont des résultats provenant de blanc de réactifs ou de blanc de filtres obtenus en suivant le même processus analytique que l'échantillon. Les résultats obtenus pour les échantillons ne sont pas corrigés pour les résultats des témoins de terrain. Les résultats des témoins de terrain sont rapportés en masse totale (µg).

9. PARAMÈTRES DE PERFORMANCE

9.1 Limite de détection, limite de quantification et valeur minimale rapportée (VMR)

Les limites de détection (LDM) et de quantification (LQM) méthodologique ont été évaluées (n=10) pour un volume final de 10 mL et sont rapportées dans l'annexe 1. La valeur minimale rapportée (VMR) consiste en la quantité minimale de contaminant qui est quantifiée dans le laboratoire de l'IRST. La VMR est supérieure ou égale à la LDM. Elle tient compte d'un ou de plusieurs des aspects suivants : la linéarité de la méthode dans les conditions expérimentales utilisées, l'efficacité de la récupération et la pertinence du dosage à des bas niveaux de concentration.

9.2 Récupération

La procédure de mise en solution a été évaluée en soumettant à l'ensemble de la procédure analytique une série de membranes enrichies (n=28, 4 niveaux de concentration, 7 membranes par niveau) avec une forme soluble des différents éléments de la méthode. On retrouve à l'annexe 1 les différents pourcentages de récupération obtenus pour chacun de ces éléments.

9.3 Fidélité

Les valeurs de réplicabilité et de répétabilité ont été déterminées en laboratoire à partir des 44 membranes enrichies soumises à l'ensemble de la procédure analytique (4 niveaux de concentration, 11 membranes par niveau). Celles-ci représentent la **précision** de la méthode.

9.4 Exactitude

L'exactitude de la méthode d'analyse a été évaluée ($n=10$) pour chacun des éléments de la méthode analytique (voir annexe 1). L'exactitude est également vérifiée à chaque série d'analyses à l'aide d'une membrane enrichie des différents métaux. Les résultats obtenus sont compilés dans le cadre du contrôle de qualité intra-laboratoire.

9.5 Incertitude de mesure

L'incertitude de mesure analytique a été calculée avec les résultats obtenus sur 28 membranes enrichies (4 niveaux de concentration, 7 membranes par niveau) soumises à l'ensemble de la procédure analytique. Cette valeur correspond au coefficient de variation (CV_A) de la méthode analytique (voir annexe 1).

De plus, l'incertitude de mesure étendue (CV_E) pour l'ensemble du dosage et de l'échantillonnage a été calculée en tenant compte d'un CV estimé à 5 % pour l'échantillonnage et d'un seuil de probabilité de 95 %.

10. RÉFÉRENCES

1. IRSST, *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*. T-06 Guide technique, Direction des opérations, Montréal, Québec, (Février 2005).
<http://www.irsst.gc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
2. ISO 15202-1:2000, *Air des lieux de travail — Détermination des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air par spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif — Partie 1: Échantillonnage*.
3. ISO 15202-2: 2001, *Air des lieux de travail — Détermination des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air par spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif — Partie 2: Préparation des échantillons*.
4. ISO 15202-3: 2004, *Air des lieux de travail — Détermination des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air par spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif — Partie 3: Analyse*.
5. ISO 17294-1: 2004, *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) — Partie 1: Lignes directrices générale*.
6. ISO 17294-2: 2003, *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) — Partie 2: Dosage de 62 éléments*.
7. ASTM D 7439-08, *Standard test method for determination of elements in airborne particulate matter by inductively coupled plasma — mass spectrometry (ICP-MS)*
8. Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS), *Métrie des polluants — Évaluation de l'exposition professionnelle - Méthodes de prélèvement et d'analyse de l'air: Fiche 003, Métaux - Métalloïdes*, INRS, Paris.
9. 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 1.1, Ministère de l'Environnement du Québec, 2004, 37 p.
10. EPA, *Test Method for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods*, Method 200.8.
11. EPA, *Test Method for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods*, Method 3050.

Annexe 1 – Paramètres de performance

	LDM	LQM	VMR ¹	Réplicabilité	Répétabilité	Exactitude	Récupération	CV _a	CV _E
	µg/L	µg/L	µg	%	%	%	%	%	%
Al	7,8	26,1	10	1,5	2,7	94,6	97,7	3,8	12,4
Cd	0,015	0,051	0,05	0,72	0,77	98,7	100,7	1,6	10,3
Co	0,009	0,030	0,04	0,61	1,1	99,0	102,1	0,94	10,0
Cr	0,38	1,3	1	1,5	3,0	100	96,6	3,2	11,7
Cu	0,26	0,88	0,4	1,8	2,6	98,2	99,2	4,2	12,8
Fe	3,3	11,1	10	1,0	1,3	99,3	102,6	2,3	10,8
Mg	0,84	2,8	2	1,1	2,3	98,5	100,9	2,6	11,0
Mn	0,14	0,46	1	1,9	2,4	98,4	96,6	4,1	12,7
Ni	0,13	0,43	2	0,73	2,5	93,5	98,2	1,8	10,4
Pb	0,27	0,89	0,1	2,1	2,7	98,5	101,5	6,0	15,3
V	0,005	0,016	0,1	0,88	3,0	94,0	95,6	2,2	10,7
Zn	0,88	2,9	1	1,9	2,8	95,3	100,2	4,9	13,8

¹ Valeur minimum rapportée, elle tient compte du volume final de 10 mL et de la dilution automatique des échantillons 1:10 lors de l'analyse