

Mercure

Méthode d'analyse dans les sédiments, les boues et le biote

Généralités

Nom de la famille de substances	Métaux														
Nom des substances individuelles	Mercure														
Code SANDRE des substances individuelles	1387														
Matrice analysée [code SANDRE du (des) support(s)]	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td>Sédiments</td> <td style="text-align: right;">[6]</td> </tr> <tr> <td>Boues de station d'épuration</td> <td style="text-align: right;">[31]</td> </tr> <tr> <td>Biote : Végétal</td> <td style="text-align: right;">[8]</td> </tr> <tr> <td style="padding-left: 20px;">Poisson</td> <td style="text-align: right;">[4]</td> </tr> <tr> <td style="padding-left: 20px;">Mollusque</td> <td style="text-align: right;">[30]</td> </tr> <tr> <td style="padding-left: 20px;">Crustacé</td> <td style="text-align: right;">[20]</td> </tr> <tr> <td style="padding-left: 20px;">Autre : Mammifère marin</td> <td style="text-align: right;">[12]</td> </tr> </table>	Sédiments	[6]	Boues de station d'épuration	[31]	Biote : Végétal	[8]	Poisson	[4]	Mollusque	[30]	Crustacé	[20]	Autre : Mammifère marin	[12]
Sédiments	[6]														
Boues de station d'épuration	[31]														
Biote : Végétal	[8]														
Poisson	[4]														
Mollusque	[30]														
Crustacé	[20]														
Autre : Mammifère marin	[12]														
Principe de la méthode	<p>L'échantillon solide est calciné à 550°C sous courant d'oxygène afin de volatiliser le mercure présent dans un échantillon solide. Le mercure élémentaire formé est entraîné sous forme de vapeur par un courant d'oxygène au travers d'un tube catalytique et amalgamé sur un piège de sable doré. Après chauffage du piège pour dissocier l'amalgame or-mercure formé, la vapeur de mercure est envoyée dans la cellule d'un spectrophotomètre d'absorption atomique où elle est quantifiée.</p>														
Acronyme	AAS avec pré-concentration par amalgamation sur un piège de sable doré														
Domaine d'application	De 0,1 à 600 ng en masse absolue														
Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse	Pourcentage d'humidité résiduelle														
Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode	<ul style="list-style-type: none"> - Pour éviter les contaminations, manipuler sous hotte à flux laminaire. - Le matériel est nettoyé avant utilisation (ou son absence de contamination a été vérifiée). - Le matériel est manipulé et stocké avec les précautions nécessaires pour éviter la contamination (éviter le contact avec les mains, protéger le matériel contre les poussières et les graisses entre deux utilisations, etc). - Les réactifs utilisés doivent être de pureté suffisante afin qu'ils n'introduisent pas d'erreur significative dans l'analyse. 														

Interférents (préciser la matrice)

Non identifiés dans muscle de poisson, sédiment marin et tissu mou de mollusques (CRM).

AVERTISSEMENT : Il convient que l'utilisateur de cette méthode connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Cette méthode n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur. Certains des solvants utilisés dans le mode opératoire sont toxiques et dangereux. Les manipuler avec précaution.

Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément à cette méthode soient exécutés par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

Protocole analytique**Prétraitement****Fraction analysée :**

Sédiments et boues : fraction analysée inférieure à **2 mm** [32], [127], [128], [144]

Biote : Corps mou [118], [175], [177], [178], [179], [176],
Corps entier (valable pour le végétal : organisme entier) [51], [61], [81], [91], [101], [116], [123]

Foie [95], [104]

Muscle [92], [102]

Corps entier pour les petits organismes (ex : petits crustacés ou mollusques) ou un organe ou un tissu en particulier (tels que muscle ou foie) pour les organismes plus grands (exemple poisson)

Conditionnement et conservation des échantillons

- Protocole :

Sédiments : les échantillons sont congelés immédiatement après le prélèvement, puis lyophilisés ou séchés à 40°C jusqu'à poids constant puis broyés finement dans un mortier en agate.

Boues : les échantillons sont congelés immédiatement après le prélèvement, puis lyophilisés ou séchés à 40°C jusqu'à poids constant puis broyés finement de préférence dans un broyeur automatisé (ex. broyeur à billes en agate).

Mollusques : détacher les mollusques de leur support délicatement (ils doivent rester vivant) et les épurer en les immergeant 24 heures dans de l'eau de mer décantée (issue de la région de prélèvement). Les mollusques sont ensuite décoquillés et leur chair égouttée sur filtre Buchner en prenant toutes les précautions pour éviter la contamination de l'échantillon. La chair est ensuite broyée, homogénéisée puis congelée.

Poissons : les poissons sont conservés au froid (voir congelés si le stockage avant dissection excède 48 heures) individuellement dans des sacs en polyéthylène. Ils sont disséqués sous hotte à flux laminaire et l'organe d'intérêt est congelé.

Dans le cas de prises d'essai faibles, il faut s'assurer de l'homogénéité de l'échantillon. On la vérifie en faisant des répliquats d'analyse.

- Nature du contenant de stockage :

Piluliers en verre ou en polypropylène pourvus de couvercles en plastique hermétiques.

- Lavage du contenant :

Les piluliers neufs sont lavés avec un détergent pur puis à l'acide et

- Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) :	rincés à l'eau du robinet puis à l'eau ultrapure. Ils sont passés au four pendant 8 heures à 450°C. Les couvercles sont rincés à l'eau du robinet puis à l'eau ultrapure et séchés à l'étuve (dans des sacs ouverts). Ils sont ensuite stockés dans des sachets fermés. Les échantillons séchés restent stables plusieurs années sous conditions ambiantes (température et humidité constantes).
---	---

Pré-traitement des échantillons liquide ou solide	Lyophilisation ou séchage à 50°C jusqu'à poids constant, puis homogénéisation et broyage à l'aide d'un mortier en agate.
--	--

Analyse

Volume ou masse de la prise d'essai (mL or mg selon la phase analysée)	Sédiments 20 à 200 mg Boues 20 à 200 mg Biote : Végétal 20 à 100 mg Poisson / Mollusque / Crustacé : 20 à 100 mg Autre (préciser) Mammifère marin 5 à 50 mg La prise d'essai varie en fonction de la concentration attendue et de la masse d'échantillon disponible. Si la masse de prise d'essai est faible (<100 mg), des réplicats sont nécessaires pour s'assurer de l'homogénéité de la prise d'essai.
---	--

Méthode analytique utilisée : Indiquer les paramètres complets de la méthode (exemple pour la chromatographie : gradient, phase mobile, débit, T °C, colonne, mode de détection) Pour la détection par masse : mode d'ionisation et ions de quantification et de confirmation	Spectrophotométrie d'absorption atomique, avec pré-concentration par amalgamation sur un piège de sable doré. Température du four de calcination : 550 °C Température du piège et de la cellule de mesure : 120 °C Température du piège lors de la libération du mercure : 550 °C Longueur d'onde de quantification en spectrophotométrie d'absorption atomique : 254 nm
--	--

Equipements ¹ (modèles utilisés) :	AMA254® de Altec DMA-80® de Milestone
--	--

Type d'étalonnage	Externe
--------------------------	---------

Modèle utilisé Étalons / Traceurs utilisés Domaine de concentration	Linéaire S/O 0,1 à 100 ng de mercure.
--	---

Méthode de calcul des résultats Rendement Blancs	Utilisation du rendement : Non Soustraction du blanc : Oui
---	---

¹ Les matériels cités ici constituent des exemples d'application satisfaisante. Ces mentions ne constituent pas une recommandation exclusive, ni un engagement quelconque de la part du rédacteur ou d'AQUAREF

Références de la méthode

La méthode est dérivée de la publication suivante

Cossa D., Coquery M., Nakhlé K. et Claisse D. Dosage du mercure total et du monométhylmercure dans les organismes et les sédiments marins. Ed Ifremer, 2002, 27p

Norme dont est tirée la méthode

Méthode officielle américaine (pas de norme française ou européenne) :
US EPA 7473 : Mercury in solids and solutions by thermal decomposition, amalgamation, and atomic absorption spectrophotometry

Niveau de validation selon Norman

Niveau 2

Paramètres de validation de la méthode

Norme utilisée

Taylor J.K., 1987. Quality assurance of chemical measurements. Lewis Publishers, New York, USA et NF T90-210 (2009).

Domaine de validation

0,09 à 4,6 mg/kg (poids sec) – issu des CRM

Matériaux de référence utilisés

MESS-2 (CNRC) : sédiment marin.
IAEA 433 : sédiment marin
BCR 144R : boue domestique de station d'épuration.
DORM-1 (CNRC) : muscle de poisson (chien de mer).
DORM-2 (CNRC) : muscle de poisson (chien de mer).
AIEA-142 : tissu de moule.
IAEA 407 : tissu de poisson
NIST 2976 : tissu de moule
Tort 2 : tissu de poisson

Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)

Les blancs sont vérifiés systématiquement et l'absorbance du blanc est retranchée.

Rendement

Evaluation de la justesse sur des matériaux de référence certifiés. Les concentrations sont en mg/kg \pm incertitudes élargies ($k = 2$) (poids sec)

- par type de matrice

	MESS-2	IAEA 433	BCR 144R
Matrice	Sédiment marin	Sédiment marin	Boue de STEP
Conc théorique	0.092 \pm 0.009	0.168 \pm 0.034	3.11 \pm 0.18
Conc observée	0.089 \pm 0.002	0.157 \pm 0.016	2.78 \pm 0.25
N	6	30	25

	DORM-1	DORM-2	AIEA-142
Matrice	Muscle poisson	Muscle poisson	Tissu moule
Conc théorique	0,798 \pm 0,074	4,64 \pm 0,26	0,126 \pm 0,016
Conc observée	0,854 \pm 0,013	4,41 \pm 0,04	0,120 \pm 0,006
N	6	6	6

Limite de quantification(LQ)
Limite de détection (LD)
(indiquez la méthode de détermination en précisant la matrice testée)

1. Estimation de la LQ présumée :
Pour une prise d'essai de 20 mg , LD=0,007 mg/kg en moyenne (la LD calculée journalièrement varie de 0,004 à 0,015 mg/kg)
(obtenue en multipliant l'écart-type de 6 blancs par 3,29)

2. Vérification de cette LQ selon la norme NF T90-210 (2009) :
Analyse d'un échantillon de sédiment en duplicat sur n=5 jours, d'une concentration proche de la LQ.
Une LQ de 0,010 mg/kg a été confirmée.
Ce test est impossible à réaliser sur le biote car il n'y a pas d'échantillons si peu contaminés.

Incertitudes (%) sur les résultats
- par type de matrice

Selon la norme XP T90-220 (2003), approche contrôle interne (analyse des MRC), incertitudes élargies (k = 2).

Les concentrations sont en mg/kg \pm incertitudes élargies (k = 2)
(poids sec)

	IAEA 433	BCR 144R	IAEA 407	NIST 2976	TORT 2
Matrice	Sédiment marin	Boue	Poisson	Moule	Poisson
Conc. certifiée	0,168 \pm 0,034	3,11 \pm 0,18	0,222 \pm 0,024	0,0610 \pm 0,0036	0,270 \pm 0,060
Incertitude calculée (%)	10,5	17,5	10,0	10,7	13,5

Contacts

Auteurs

Cossa D., Coquery M., Nakhlé K., Claisse D et Grisot G.

Institut

Ifremer Nantes et Irstea

Contact

marina.coquery@irstea.fr