
**Aciers — Dosage de l'antimoine —
Méthode par spectrométrie d'absorption
atomique à excitation électrothermique**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Steel — Determination of antimony content — Electrothermal atomic
absorption spectrometric method*

ISO 10698:1994

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/abd7f069-f182-4f3d-ab20-12becab49508/iso-10698-1994>



Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10698 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abd7f069-f182-4f3d-ab20-2bc4b930740-10698-1994>

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Aciers — Dosage de l'antimoine — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage de l'antimoine par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique dans les aciers.

La méthode est applicable aux teneurs en antimoine comprises entre 0,000 5 % (*m/m*) et 0,010 % (*m/m*).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 377-2:1989, *Prélèvement et préparation des échantillons et éprouvettes en aciers corroyés — Partie 2: Échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides chlorhydrique et nitrique et dilution de la solution à un volume connu.

Introduction d'un volume connu de solution dans un atomiseur électrothermique d'un spectromètre d'absorption atomique.

Mesure de l'absorption atomique de l'énergie de la raie de résonance 217,6 nm du spectre émis par une lampe d'antimoine avec correction de l'absorption non spécifique.

Étalonnage par la technique des ajouts dosés.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 comme spécifié dans l'ISO 3696.

4.1 Acide nitrique, ρ environ 1,40 g/ml.

4.2 Acide chlorhydrique, ρ environ 1,19 g/ml.

4.3 Acide orthophosphorique (H_3PO_4), ρ environ 1,71 g/ml.

4.4 Acide nitrique, ρ environ 1,40 g/ml, dilué 1 + 1.

4.5 Antimoine, solutions étalons.

4.5.1 Solution mère, correspondant à 1,0 g de Sb par litre.

Peser, à 0,1 mg près, 0,100 g d'antimoine de haute pureté [pureté minimale 99,9 % (*m/m*)]. Les transférer dans un bécher de 100 ml et les dissoudre dans 30 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 5 ml d'acide nitrique (4.1). Chauffer jusqu'à dissolution complète, faire bouillir doucement pour éliminer les oxydes d'azote, laisser refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'acide nitrique (4.4) et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polyéthylène.

1 ml de cette solution mère contient 1,0 mg de Sb.

4.5.2 Solution étalon, correspondant à 0,010 g de Sb par litre.

Transférer 1,0 ml de solution mère (4.5.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'acide nitrique (4.4) et homogénéiser.

Préparer cette solution immédiatement avant utilisation.

1 ml de cette solution étalon contient 10 μ g de Sb.

5 Appareillage

Toute la verrerie de laboratoire doit être de qualité A, conformément à l'ISO 385-1, ISO 648 et ISO 1042, selon le cas.

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Micropipettes, de capacité 100 μ l à 500 μ l.

5.2 Distributeur automatique, équipé de micropipettes de capacité 10 μ l à 50 μ l.

5.3 Spectromètre d'absorption atomique avec atomiseur électrothermique, équipé d'un système de correction de fond et d'un enregistreur à réponse rapide ou informatisé.

L'instrument doit permettre d'utiliser des lampes à cathode creuse à un seul élément ou des lampes à décharge sans électrode aux intensités de courant recommandées par le fabricant de l'instrument et de la lampe.

Le spectromètre d'absorption atomique et l'atomiseur électrothermique utilisés conviendront si, après optimisation selon 7.3.4.2, ils permettent d'obtenir les critères de précision donnés de 5.3.1 à 5.3.3.

Il est également souhaitable que l'instrument soit conforme aux exigences des performances complémentaires données en 5.3.4.

5.3.1 Masse caractéristique (voir A.1)

La masse caractéristique pour l'antimoine doit être inférieure à 25 pg d'antimoine.

5.3.2 Fidélité minimale (voir A.2)

La fidélité minimale de la solution à blanc avec ajout dosé la plus concentrée ne doit pas dépasser 10 % de l'absorbance moyenne de la même solution et la fidélité minimale de la solution à blanc avec ajout dosé la moins concentrée (en excluant la solution B₁) ne doit pas dépasser 4 % de l'absorbance moyenne de la solution d'ajout à blanc la plus concentrée.

5.3.3 Limite de détection (voir A.3)

La limite de détection de l'antimoine doit être inférieure à 20 pg d'antimoine.

5.3.4 Linéarité de la courbe (voir A.4)

Le coefficient de la linéarité de la courbe ne doit pas être inférieur à 0,95.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément aux prescriptions de l'ISO 377-2 ou des normes nationales appropriées pour les aciers.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

En fonction de la teneur attendue en antimoine, peser, à 0,1 mg près, les masses suivantes (*m*) de la prise d'essai:

- pour des teneurs en antimoine comprises entre 0,0005 % (*m/m*) et 0,0050 % (*m/m*), prise d'essai d'environ 1,00 g;
- pour des teneurs en antimoine comprises entre 0,0050 % (*m/m*) et 0,010 % (*m/m*), prise d'essai d'environ 0,25 g.

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs. La teneur en antimoine dans la solution d'essai à blanc ne doit pas être supérieure à 10 ppb.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai (voir article 10)

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 5 ml d'acide nitrique (4.1). Couvrir le bécher avec un verre de montre, chauffer doucement jusqu'à ce que la réaction cesse et faire bouillir pendant 1 min pour éliminer les oxydes d'azote.

Laisser refroidir la solution, qui peut contenir des carbures, ajouter environ 15 ml d'eau, filtrer à travers un papier filtre de texture moyenne et récupérer le filtrat dans une fiole jaugée de 200 ml. Laver le papier filtre plusieurs fois avec de l'eau chaude, en récupérant les

eaux de lavage dans la fiole. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.2 Préparation des solutions d'essai avec ajouts dosés

Introduire respectivement dans une série de cinq fioles jaugées de 100 ml, des parties aliquotes de 20,0 ml de la solution d'essai (voir 7.3.1), puis en utilisant une micropipette (5.1), les volumes de solution étalon d'antimoine (4.5.2) indiqués dans le tableau 1. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Ces solutions sont repérées respectivement S₁, S₂, S₃, S₄ et S₅.

7.3.3 Préparation des solutions à blanc avec ajouts dosés

Introduire respectivement, dans une autre série de cinq fioles jaugées de 100 ml, des parties aliquotes de 20,0 ml de solution à blanc (voir 7.2), puis en utilisant une micropipette (5.1), les volumes de la solution étalon d'antimoine (4.5.2) indiqués dans le tableau 2. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Ces solutions sont repérées B₁, B₂, B₃, B₄ et B₅.

Tableau 1

Repère de la solution	Volume de la solution étalon d'antimoine (4.5.2) ajouté μl	Concentration d'antimoine ajouté dans les solutions d'essais avec ajouts dosés ng/ml	Masse correspondante d'antimoine ajouté, ng	
			Volume injecté	
			10 μl	50 μl
S ₁	0	0	0	0
S ₂	100	10	0,1	0,5
S ₃	200	20	0,2	1,0
S ₄	400	40	0,4	2,0
S ₅	500	50	0,5	2,5

Tableau 2

Repère de la solution	Volume de la solution étalon d'antimoine (4.5.2) ajouté μl	Concentration d'antimoine ajouté dans les solutions à blanc avec ajouts dosés ng/ml	Masse correspondante d'antimoine ajouté, ng	
			Volume injecté	
			10 μl	50 μl
B ₁	0	0	0	0
B ₂	100	10	0,1	0,5
B ₃	200	20	0,2	1,0
B ₄	400	40	0,4	2,0
B ₅	500	50	0,5	2,5

7.3.4 Mesurages

7.3.4.1 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Voir tableau 3.

Tableau 3

Élément	Caractéristique
Type de lampe	Lampe à décharge sans électrodes d'antimoine ou lampe à cathode creuse
Longueur d'onde	217,6 nm
Courant d'alimentation de la lampe	Suivre les recommandations du fabricant
Largeur de la bande passante	Suivre les recommandations du fabricant
Correction des données de base	La longueur d'onde de l'antimoine (217,6 nm) est proche de celle du fer (217,8 nm). Si la solution de terme zéro donne une absorbance comparable à la fidélité de la solution d'étalonnage la plus basse, une correction d'absorption non spécifique est nécessaire

Mettre le tube neuf en graphite en condition avant son utilisation en analyse en le chauffant au moins deux fois à blanc.

Évaluer les critères de 5.3.1 à 5.3.3 et les performances complémentaires de 5.3.4 pour s'assurer que l'instrument est adapté au dosage.

7.3.4.3 Mesurages spectrométriques

En utilisant un distributeur automatique (5.2), injecter dans l'atomiseur le volume prédéterminé (voir note 2) des solutions d'essai et des solutions à blanc avec ajouts dosés dans l'ordre croissant de réponse de l'instrument.

NOTE 2 Le volume injecté dans l'atomiseur varie entre 10 µl et 50 µl, en fonction de la sensibilité, des interférences de matrice et du domaine de linéarité.

Atomiser chaque solution trois fois. Enregistrer les trois lectures en hauteur de pic. Classer les valeurs obtenues dans l'ordre numérique croissant ($x_1 < x_2 < x_3$), voir si la plus petite (x_1) ou la plus grande (x_3) est susceptible d'être considérée comme aberrante en appliquant le test de Dixon:

$$(x_3 - x_2)/(x_3 - x_1)$$

ISO 10698:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abd7f069-f182-4f3d-ab20-12beeab49508/iso-10698-1994>

$$(x_2 - x_1)/(x_3 - x_1)$$

7.3.4.2 Optimisation des réglages du spectromètre d'absorption atomique et de l'atomiseur électrothermique

Régler les paramètres instrumentaux requis et aligner l'atomiseur électrothermique conformément aux instructions du fabricant (voir note 1).

NOTE 1 Les réglages optimaux des paramètres instrumentaux varient en fonction des instruments. La totalité de l'échelle doit être utilisée pour obtenir la lisibilité requise.

Déterminer les paramètres optimaux de l'atomiseur électrothermique pour chaque type d'atomiseur et les volumes d'échantillons en suivant les recommandations du fabricant ou les pratiques courantes du laboratoire.

Régler le zéro de l'instrument et enregistrer la ligne de base sur l'enregistreur.

Contrôler la stabilité du zéro et l'absence d'interférence au niveau du système d'atomisation en suivant le programme de préchauffage pour chauffer à blanc le tube graphite. Répéter l'opération pour s'assurer de la stabilité de la ligne de base.

Si le rapport calculé est inférieur à 0,970, moyenner les lectures, s'il est supérieur à 0,970, rejeter la valeur aberrante et moyenner les deux lectures restantes.

Vérifier l'instrument en ce qui concerne les effets de mémoire, spécialement pour les fortes concentrations en analyte, en relançant le programme de préchauffage. Remplacer la ligne de base à zéro si nécessaire. Enregistrer toutes les lectures en hauteur de pic pour le dosage.

7.3.5 Établissement des courbes d'ajouts dosés (voir note 3)

Calculer la moyenne des trois lectures instrumentales pour chacune des solutions à blanc avec ajouts dosés (solutions B).

Tracer la moyenne des lectures en fonction de la masse d'antimoine ajoutée, exprimée en nanogrammes dans les solutions à blanc avec ajouts dosés.

Calculer la moyenne des trois lectures instrumentales pour chacune des solutions d'essai avec ajouts dosés (solutions S).

Reporter la moyenne des lectures en fonction de la masse d'antimoine ajoutée, exprimée en nanogrammes dans les solutions d'essai avec ajouts dosés.

NOTE 3 Dans cette méthode, toute absorption non spécifique est éliminée par le système de correction de fond de l'appareil.

Il peut y avoir de l'antimoine présent dans les réactifs. Comme l'essai à blanc est incorporé dans les courbes d'ajouts dosés, celles-ci ne passent alors pas par l'origine.

Les courbes d'ajouts dosés pour l'essai à blanc et pour l'échantillon devraient être parallèles.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

Déterminer les masses en antimoine dans les solutions d'essai et à blanc avec ajout dosé, $m_{Sb,1}$ et $m_{Sb,0}$, exprimées en nanogrammes, comme étant l'intersection entre l'axe des masses et l'extrapolation des droites des courbes d'ajouts dosés (7.3.5). La différence ($m_{Sb,1} - m_{Sb,0}$) donne la masse d'antimoine, m_{Sb} , dans la solution avec ajout dosé (solution S).

La masse d'antimoine, m_{Sb} , peut aussi être calculée en utilisant la méthode des moindres carrés appliquée aux deux droites, soit celle correspondant aux solutions à blanc avec ajouts dosés (solutions B) et celle correspondant aux solutions d'essai avec ajouts dosés (solutions S).

L'équation de la droite est

$$y = a + bm$$

où

a et b sont deux constantes correspondant respectivement à l'intersection avec l'axe des y et à la pente de la droite. Par la méthode des moindres carrés, b et a sont calculés comme suit:

$$b = \frac{n \sum m_i y_i - \sum m_i \sum y_i}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2}$$

$$a = \frac{1}{n} \left(\sum y_i - b \sum m_i \right)$$

L'intersection de l'axe des x avec la droite de pente b est $(-a/b)$, d'où

$$m_{Sb,1} = \frac{1}{nb_1} \left(\sum y_i - b_1 \sum m_i \right)$$

$$m_{Sb,0} = \frac{1}{nb_0} \left(\sum y_i - b_0 \sum m_i \right)$$

$$m_{Sb} = m_{Sb,1} - m_{Sb,0}$$

où

b est le coefficient de régression;

n est le nombre de solutions analysées;

a est l'intersection avec l'axe des y ;

m_i est la masse d'antimoine ajoutée, exprimée en nanogrammes, dans les solutions d'essais et à blanc avec ajouts dosés;

y_i est l'absorbance correspondant aux solutions d'essai ou à blanc avec ajouts dosés;

$m_{Sb,1}$ est la masse d'antimoine obtenue, exprimée en nanogrammes, à partir des solutions d'essais avec ajouts dosés;

$m_{Sb,0}$ est la masse d'antimoine obtenue, exprimée en nanogrammes, à partir des solutions à blanc avec ajouts dosés.

La teneur en antimoine, w_{Sb} , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$w_{Sb} = \frac{m_{Sb} \times \frac{V_2 \times 10^3}{V_1} \times \frac{V_4}{V_3}}{m \times 10^9} \times 100$$

$$= \frac{m_{Sb} \times \frac{10^5}{V_1} \times \frac{200}{20} \times 10^2}{m \times 10^9} = \frac{m_{Sb} \times 0,1}{m \times V_1}$$

où

m_{Sb} est la masse d'antimoine, en nanogrammes, dans la solution d'essai avec ajout dosé (S);

V_1 est le volume injecté, en microlitres, à partir des séries de solutions d'essai et à blanc avec ajouts dosés (voir tableaux 1 et 2);

V_2 est le volume, en millilitres, des séries des solutions d'essai et à blanc avec ajouts dosés (voir 7.3.2 et 7.3.3);

V_3 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote des solutions d'essais et à blanc (voir 7.3.2 et 7.3.3);

V_4 est le volume, en millilitres, des solutions d'essai à blanc (voir 7.3.1);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 7.1).

8.2 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 18 laboratoires, à sept niveaux de teneur en antimoine, chaque laboratoire réalisant trois déterminations de l'antimoine à chaque niveau (voir notes 4 et 5).

Les échantillons pour essai utilisés sont indiqués au tableau B.1.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement conformément à l'ISO 5725.

Les données obtenues ont permis de définir la relation logarithmique entre la teneur en antimoine et la répétabilité (r) et les reproductibilités (R et R_w) des résultats d'essais (voir note 6) comme indiqué dans le tableau 4. La représentation graphique des données est indiquée à la figure C.1.

NOTES

4 Deux de ces trois dosages ont été effectués selon les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725, c'est-à-dire un opérateur, le même appareillage, des conditions opératoires identiques, le même étalonnage et dans une période de temps minimale.

5 Le troisième dosage a été effectué à un moment différent (un jour différent), par le même opérateur, comme décrit en note 4, en utilisant le même appareillage avec un nouvel étalonnage.

6 À partir des valeurs obtenues le 1^{er} jour, la répétabilité (r) et la reproductibilité (R) ont été calculées selon la procédure prescrite dans l'ISO 5725. À partir de la première valeur obtenue le 1^{er} jour et le résultat obtenu le 2^e jour, la reproductibilité intralaboratoire (R_w) a été calculée.

9 Cas particuliers

Pour les prises d'essai contenant du tungstène et/ou du niobium, se conformer au mode opératoire ci-après.

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 100 ml. Ajouter 1 ml d'acide orthophosphorique (4.3), 15 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 5 ml d'acide nitrique (4.1). Couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à ce que la réaction cesse. Évaporer la solution pour obtenir un volume de

2 ml à 3 ml, puis ajouter 25 ml d'acide nitrique (4.4) et faire bouillir 1 min pour éliminer les oxydes d'azote.

Procéder comme spécifié au 2^e paragraphe de 7.3.1.

Effectuer un essai à blanc particulier (7.2) correspondant à ce mode opératoire.

10 Notes concernant le mode opératoire

Compte tenu de la grande sensibilité de l'absorption atomique avec excitation électrothermique, des précautions très strictes doivent être prises pour nettoyer toute la verrerie et éviter toute pollution des échantillons, des solutions étalons et des solutions d'étalonnage par tout autre matériel et par la poussière de l'atmosphère du laboratoire.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon, le laboratoire et la date de l'analyse;
- la méthode employée, par référence à la présente Norme internationale;
- les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- le compte rendu de tout détail particulier éventuellement relevé au cours du dosage;
- le compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives ayant pu avoir une influence sur le résultat.

Tableau 4

Teneur en antimoine % (m/m)	Répétabilité r	Reproductibilité	
		R	R_w
0,000 5	0,000 20	0,000 35	0,000 18
0,001 0	0,000 28	0,000 54	0,000 27
0,002 0	0,000 41	0,000 83	0,000 41
0,005 0	0,000 65	0,001 5	0,000 71
0,010 0	0,000 92	0,002 2	0,001 1

Annexe A (normative)

Modes opératoires de détermination des critères instrumentaux

Pour préparer des méthodes normalisées d'analyse par spectrométrie d'absorption atomique avec excitation électrothermique, le groupe de travail, chargé des résultats d'essais interlaboratoires, doit décider des valeurs de critères instrumentaux.

A.1 Détermination de la masse caractéristique, m_c

Préparer une solution contenant la même concentration de matrice que la solution à blanc, mais en présence de l'élément à la concentration suivante:

ρ ng/ml donnant une absorbance A d'environ 0,1 pour un volume d'injection prédéterminé.

Injecter un volume prédéterminé de cette solution dans l'atomiseur, puis le même volume de solution à blanc, sans expansion d'échelle, et mesurer les absorbances A et A_0 .

La masse caractéristique, m_c , est donnée par l'équation

$$m_c = \frac{\rho \times 0,004\ 4 \times V_1}{A - A_0}$$

où

V_1 est le volume injecté, exprimé en microlitres, de la solution à ρ ng/ml;

A_0 est l'absorbance de la solution à blanc.

A.2 Détermination de la fidélité minimale

Injecter dans l'atomiseur le volume prédéterminé de la solution avec ajout dosé la plus concentrée, 10 fois, pour obtenir 10 valeurs isolées d'absorbance A_{Ai} et calculer la valeur moyenne \bar{A}_A .

Injecter dans l'atomiseur le même volume de la solution avec ajout dosé la moins concentrée (à l'exclusion du terme zéro), dix fois, pour obtenir 10 valeurs isolées d'absorbance A_{Bi} et calculer la valeur moyenne \bar{A}_B .

Les écarts-types s_A et s_B des solutions avec ajouts dosés la plus et la moins concentrées sont respectivement donnés par les formules

$$s_A = \sqrt{\frac{\sum (A_{Ai} - \bar{A}_A)^2}{9}}$$

$$s_B = \sqrt{\frac{\sum (A_{Bi} - \bar{A}_B)^2}{9}}$$

Les fidélités minimales des solutions avec ajouts dosés la plus et la moins concentrées sont obtenues respectivement par $s_A \times 100/\bar{A}_A$ et $s_B \times 100/\bar{A}_B$.

A.3 Détermination de la limite de détection, m_{\min}

Préparer deux solutions contenant chacune la même concentration de matrice que la solution d'essai à blanc, mais en présence de l'élément à doser aux concentrations connues suivantes:

- ρ' ng/ml correspondant à une absorbance A' , d'environ 0,01 pour un volume injecté prédéterminé;
- l'essai à blanc sur la matrice correspondant à une absorbance A_0 .

Injecter dans l'atomiseur le volume prédéterminé de la solution ρ' ng/ml et de la solution à blanc, chacun 10 fois, avec une échelle suffisamment expansée pour faire apparaître de façon très visible les fluctuations du signal.

Calculer les absorbances moyennes \bar{A}' et \bar{A}_0 .

L'écart-type $s_{A'}$ est donné par la formule

$$s_{A'} = \sqrt{\frac{\sum (A'_i - \bar{A}')^2}{9}}$$

où

A'_i est la valeur de chaque mesure d'absorbance;

\bar{A}' est la valeur moyenne des A'_i .