
**Qualité de l'eau — Dosage des éléments
traces par spectrométrie d'absorption
atomique en four graphite**

*Water quality — Determination of trace elements using atomic
absorption spectrometry with graphite furnace*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15586:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20bde03c-8c03-43e3-995f-08487008d80d/iso-15586-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20bde03c-8c03-43e3-995f-08487008d80d/iso-15586-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15586:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20bde03c-8c03-43e3-995f-08487008d80d/iso-15586-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20bde03c-8c03-43e3-995f-08487008d80d/iso-15586-2003>

© ISO 2003

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	3
4 Interférences	3
5 Réactifs	3
6 Appareillage	5
7 Échantillonnage et prétraitement	7
8 Modification chimique	9
9 Dosage	9
10 Étalonnage	10
11 Résultats	12
12 Exactitude (justesse et fidélité)	13
13 Rapport d'essai	17
Annexe A (informative) Préparation des solutions mères, 1 000 mg/l	18
Annexe B (normative) Digestion des échantillons de sédiments	21
Annexe C (informative) Exemples de réglages pour les paramètres des instruments	23
Bibliographie	24

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 15586 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 15586:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20bde03c-8c03-43e3-995f-08487008d80d/iso-15586-2003>

Qualité de l'eau — Dosage des éléments traces par spectrométrie d'absorption atomique en four graphite

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit des principes et des modes opératoires permettant de déterminer les très faibles teneurs en éléments Ag, Al, As, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V et Zn présents à l'état de traces dans les eaux de surface, eaux souterraines, eaux potables, eaux usées et sédiments, par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique en four graphite. Cette méthode est applicable au dosage des éléments en faible concentration.

Pour chaque élément, la limite de détection de la méthode dépend de la matrice de l'échantillon ainsi que de l'appareil, du type d'atomiseur et de l'emploi de modificateurs chimiques. Pour les échantillons d'eau à matrice simple (c'est-à-dire ayant une faible concentration en particules et substances solides dissoutes), les limites de détection de la méthode seront proches de celles de l'appareil. Il convient d'obtenir au moins les valeurs données dans le Tableau 1, pour un volume d'échantillon de 20 µl.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20bde03c-8c03-43e3-995f-08487008d80d/iso-15586-2003>

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*

ISO 5667-2, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage*

ISO 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

ISO 5667-4, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 4: Guide pour l'échantillonnage des eaux des lacs naturels et des lacs artificiels*

ISO 5667-5, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 5: Lignes directrices pour l'échantillonnage de l'eau potable et de l'eau utilisée dans l'industrie alimentaire et des boissons*

ISO 5667-6, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 6: Lignes directrices pour l'échantillonnage des rivières et des cours d'eau*

ISO 5667-10, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 10: Guide pour l'échantillonnage des eaux résiduaires*

ISO 5667-11, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 11: Guide général pour l'échantillonnage des eaux souterraines*

ISO 5667-15, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 15: Guide général pour la préservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments*

ISO 15587-1, *Qualité de l'eau — Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau — Partie 1: Digestion à l'eau régale*

ISO 15587-2, *Qualité de l'eau — Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau — Partie 2: Digestion à l'acide nitrique*

Tableau 1 — Masses caractéristiques approximatives, limites de détection de l'appareil et domaines de travail optimaux pour des échantillons d'eau d'un volume de 20 µl

Élément	Masse caractéristique m_0^a pg	Limite de détection ^b µg/l	Domaine de travail optimal ^c µg/l
Ag	1,5	0,2	1 à 10
Al	10	1	6 à 60
As	15	1	10 à 100
Cd	0,7	0,1	0,4 à 4
Co	10	1	6 à 60
Cr	3	0,5	2 à 20
Cu	5 ^d	0,5	3 à 30
Fe	5	1	3 à 30
Mn	2,5	0,5	1,5 à 15
Mo	10	1	6 à 60
Ni	13	1	7 à 70
Pb	15	1	10 à 100
Sb	20	1	10 à 100
Se	25	2	15 à 150
Tl	10 ^d	1	6 à 60
V	35	2	20 à 200
Zn	0,8	0,5	0,5 à 5

^a La masse caractéristique (m_0) d'un élément est la masse en picogrammes, correspondant à un signal de 0,004 4 s, en utilisant l'absorbance intégrée (aire du pic) pour l'évaluation.

^b Les limites de détection sont calculées comme étant égales à 3 fois (3 ×) l'écart type de mesurages répétés d'un blanc.

^c Le domaine de travail optimal est défini comme étant la plage de concentration correspondant aux lectures de l'absorbance intégrée comprises entre 0,05 s et 0,5 s.

^d Si la correction de l'effet de fond Zeeman est utilisée, la valeur de m_0 sera plus élevée.

3 Principe

Les échantillons d'eaux sont stabilisés par un traitement acide, filtrés et la conservation assurée par addition d'acide ou par digestion. Les échantillons de sédiments sont digérés. Un sous-échantillon de la solution d'échantillon est injecté dans le four graphite d'un spectromètre d'absorption atomique. Le four est chauffé électriquement. L'échantillon est séché, pyrolysé et atomisé par augmentation par paliers de la température. La spectrométrie d'absorption atomique est basée sur la capacité des atomes libres à absorber un rayonnement lumineux. Une source de lumière émet une lumière spécifique d'un élément (ou de plusieurs). Lorsque le faisceau lumineux traverse le nuage d'atomes généré dans le four graphite chauffé, la lumière est sélectivement absorbée par les atomes de l'élément (des éléments) choisi(s). La diminution de l'intensité de la lumière est mesurée à l'aide d'un détecteur à une longueur d'onde spécifique. La concentration d'un élément dans l'échantillon est déterminée par comparaison de l'absorbance de l'échantillon avec l'absorbance des solutions d'étalonnage. Si nécessaire, les interférences peuvent être surmontées par ajout aux échantillons, avant analyse, d'un modificateur de matrice ou en effectuant l'étalonnage par la technique des ajouts dosés.

Les résultats sont donnés en masse d'analyte (microgrammes, μg , ou milligrammes, mg) par litre d'eau, ou par kilogramme de matériau sec dans les sédiments.

4 Interférences

Certaines solutions d'échantillons, notamment les eaux usées et les digestions de sédiments, peuvent contenir de grandes quantités de substances susceptibles d'avoir une incidence sur les résultats. Des concentrations élevées en chlorure peuvent conduire à des résultats faibles, car la volatilité de nombreux éléments est accrue et peut entraîner une perte d'élément à doser au cours de la pyrolyse. Les effets de la matrice peuvent être surmontés partiellement ou totalement en optimisant le programme de températures, l'utilisation de tubes et de plates-formes avec revêtement pyrolytique, l'emploi de modificateurs chimiques, la technique des ajouts dosés et l'utilisation d'une correction du bruit de fond.

ISO 15586:2003

5 Réactifs <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20bde03c-8c03-43e3-995f-08487008d80d/iso-15586-2003>

Sauf indication contraire, pour le prétraitement des échantillons et la préparation des solutions, utiliser uniquement des produits chimiques et des solutions les plus pures possible.

5.1 Eau, Qualité 1 selon l'ISO 3696:1987 ($\leq 0,01 \text{ mS/m}$) au minimum.

Utiliser cette eau pour la préparation de toutes les solutions. Vérifier la qualité de l'eau avant utilisation.

5.2 Acide nitrique, concentré, $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/l}$, $\rho \approx 1,4 \text{ kg/l}$ (65 %).

Si l'acide nitrique concentré contient des quantités importantes d'éléments à doser, le purifier par exemple par distillation sous pression réduite dans un appareil à quartz. La distillation doit être effectuée sous une hotte d'aspiration.

L'acide nitrique existe à la fois sous la forme $\rho = 1,40 \text{ kg/l}$ (65 %) et sous la forme $\rho = 1,42 \text{ kg/l}$ (69 %). Ces deux concentrations peuvent être utilisées dans le cadre de la présente méthode sous réserve de ne contenir qu'une quantité minimale d'analytes.

5.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) \approx 7 \text{ mol/l}$.

Ajouter, tout en agitant, un volume d'acide nitrique concentré (5.2) à un volume d'eau (5.1).

5.4 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) \approx 1 \text{ mol/l}$.

Ajouter à environ 500 ml d'eau (5.1), 70 ml d'acide nitrique concentré (5.2) et diluer avec de l'eau (5.1) à 1 000 ml.

5.5 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) \approx 0,1 \text{ mol/l}$.

Ajouter à environ 500 ml d'eau (5.1), 7 ml d'acide nitrique concentré (5.2) et diluer avec de l'eau (5.1) à 1 000 ml.

5.6 Acide chlorhydrique concentré, $c(\text{HCl}) = 12,1 \text{ mol/l}$, $\rho \approx 1,19 \text{ kg/l}$ (37 %).

Si l'acide chlorhydrique concentré contient des quantités importantes d'éléments à doser, le purifier par exemple par distillation sous pression réduite dans un appareil à quartz. La distillation doit être effectuée sous une hotte d'aspiration.

5.7 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) \approx 6 \text{ mol/l}$.

Tout en agitant, ajouter un volume d'acide chlorhydrique concentré (5.6) à un volume d'eau (5.1).

5.8 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/l}$.

Ajouter à environ 500 ml d'eau (5.1), 83 ml d'acide chlorhydrique concentré (5.6) et diluer avec de l'eau (5.1) à 1 000 ml.

5.9 Solutions étalons mères, $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Les solutions mères peuvent être achetées dans le commerce.

Des méthodes de préparation de solutions mères à partir de métaux ou de sels métalliques sont décrites à l'Annexe A. Les solutions mères sont stables pendant une année environ ou conformément aux recommandations des fabricants.

5.10 Solution étalon, $\rho = 10 \text{ mg/l}$.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 1 000 μl de solution mère (5.9) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 0,5 ml d'acide nitrique concentré (5.2) et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

Cette solution peut être conservée pendant six mois.

5.11 Solution étalon, $\rho = 1 \text{ mg/l}$.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 100 μl de solution mère (5.9) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 0,5 ml d'acide nitrique concentré (5.2) et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

Cette solution peut être conservée pendant six mois.

5.12 Solution étalon, $\rho = 100 \mu\text{g/l}$.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 1 000 μl de solution étalon à 10 mg/l (5.11) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 0,5 ml d'acide nitrique concentré (5.2) et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

Cette solution peut être conservée pendant un mois.

5.13 Solutions d'étalonnage

Préparer les solutions d'étalonnage à partir des solutions étalons (de 5.10 à 5.12).

La procédure suivante peut être utilisée à titre d'exemple:

Pour préparer une gamme d'étalonnage de solutions contenant 2 $\mu\text{g/l}$, 4 $\mu\text{g/l}$, 6 $\mu\text{g/l}$, 8 $\mu\text{g/l}$ et 10 $\mu\text{g/l}$ d'élément à doser, introduire à l'aide d'une pipette respectivement 200 μl , 400 μl , 600 μl , 800 μl et 1 000 μl de la solution étalon à 1 mg/l (5.11) dans des fioles jaugées de 100 ml. Ajouter la quantité identique d'acide aux solutions d'étalonnage à celle ajoutée aux échantillons. Refroidir, si nécessaire, et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

Il convient de ne pas utiliser les solutions d'étalonnage de moins de 1 mg/l pendant plus d'un mois et de n'utiliser qu'un jour celles de moins de 100 µg/l.

5.14 Blanc d'étalonnage

Préparer un blanc d'étalonnage de la même manière que les solutions d'étalonnage mais sans ajouter de solution étalon. Utiliser une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter la quantité identique d'acide aux solutions d'étalonnage à celle ajoutée aux échantillons. Refroidir, si nécessaire, et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

5.15 Modificateur nitrate de palladium/nitrate de magnésium

La solution de $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ est disponible dans le commerce (10 g/l). Dissoudre 0,259 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans 100 ml d'eau (5.1). Mélanger la solution de nitrate de palladium avec deux fois son volume de solution de nitrate de magnésium. 10 µl de la solution mixte équivalent à 15 µg de Pd et à 10 µg de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$. Ce mélange est également disponible dans le commerce.

Préparer une solution fraîche chaque mois.

5.16 Modificateur nitrate de magnésium

Dissoudre 0,865 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans 100 ml d'eau (5.1). 10 µl de cette solution équivalent à 50 µg de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$.

5.17 Modificateur hydrogénophosphate d'ammonium

Dissoudre 2,0 g de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dans 100 ml d'eau (5.1). 10 µl de cette solution équivalent à 200 µg de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$.

5.18 Modificateur hydrogénophosphate d'ammonium/nitrate de magnésium

Dissoudre 2,0 g de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ et 0,173 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans 100 ml d'eau (5.1). 10 µl de cette solution équivalent à 200 µg de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ et 10 µg de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$.

5.19 Modificateur nickel

Dissoudre 0,200 g de poudre de nickel dans 1 ml d'acide nitrique concentré (5.2) et compléter à 100 ml avec de l'eau (5.1). 10 µl de cette solution équivalent à 20 µg de Ni. Des solutions de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ sont également disponibles dans le commerce.

5.20 Gaz de purge et de protection, argon, Ar ($\geq 99,99\%$).

6 Appareillage

Sauf indication contraire, le mode opératoire général de nettoyage suivant est le minimum absolu requis pour le verre et le plastique.

- Avant utilisation, plonger l'équipement dans de l'acide nitrique, $c \approx 1$ mol/l (5.4) ou dans de l'acide chlorhydrique, $c \approx 1$ mol/l (5.8) et l'y laisser pendant au moins une journée.
- Rincer à l'eau (5.1) au moins trois fois.

Retirer les éléments de l'équipement en polyamide (par exemple les vis et les écrous de l'équipement d'échantillonnage) avant de plonger l'équipement dans l'acide.

Prendre les précautions nécessaires pour que, après avoir été utilisé pour des échantillons ayant une forte teneur en métaux, l'équipement ne serve pas ultérieurement pour les échantillons d'éléments traces.

6.1 Récipients d'échantillonnage de l'eau, consistants en flacons en polypropylène, polyéthylène ou FEP.

Il convient que le matériau constitutif des flacons et des bouchons ne contienne aucun élément à doser et n'en provoque pas le relargage. Il est préférable que le matériau soit incolore.

Pour les dosages à très bas niveau ($< 0,1 \mu\text{g/l}$), il est nécessaire de mettre en œuvre un mode opératoire de nettoyage très strict, tel que décrit ci-après.

- a) Rincer les flacons neufs à l'acétone pour éliminer les éventuels résidus gras. Il est également admis d'utiliser un détergent approprié.
- b) Rincer à l'eau (5.1).
- c) Laisser immerger dans de l'acide chlorhydrique, $c \approx 6 \text{ mol/l}$ (5.7) pendant une semaine, ou à une température comprise entre $45 \text{ }^\circ\text{C}$ et $50 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 24 h.
- d) Rincer à l'eau (5.1).
- e) Laisser immerger dans de l'acide nitrique, $c \approx 7 \text{ mol/l}$ (5.3) pendant une semaine, ou à une température comprise entre $45 \text{ }^\circ\text{C}$ et $50 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 24 h.
- f) Rincer à l'eau (5.1) et transférer dans un laboratoire propre.
- g) Laisser immerger dans de l'acide nitrique, $c \approx 0,1 \text{ mol/l}$ (5.5) pendant une semaine afin de conditionner les flacons à la matrice utilisée.
- h) Rincer plusieurs fois à l'eau (5.1).
- i) Sécher sous air filtré (hotte filtrante de paillasse) en cas de nécessité de séchage.
- j) Conserver les flacons propres dans des sacs en plastique fermés.

ITEH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 15586:2003

Propriété intellectuelle protégée par l'Organisation internationale de normalisation
08487008d80d/iso-15586-2003

Si cela ne semble pas nécessaire de mettre en œuvre les étapes c) et e), l'un des acides peut être exclu. Dans ce cas, l'acide chlorhydrique s'avère plus efficace pour le polyéthylène et le polypropylène tandis qu'il convient d'utiliser, de préférence, l'acide nitrique pour le FEP et la verrerie.

6.2 Récipients d'échantillonnage des sédiments, consistants en récipients à large col en matière plastique ou en verre.

Il peut ne pas être nécessaire d'utiliser des acides pour nettoyer les récipients. Un lavage avec des détergents et un rinçage à l'eau déminéralisée (5.1) peuvent suffire.

6.3 Équipement de filtration, fabriqué en verre ou en matière plastique, ne comportant aucune partie métallique. Nettoyer comme décrit dans la procédure générale de nettoyage de la partie introductive du présent article.

6.4 Filtres, membranes filtrantes ou filtres capillaires, respectivement de porosité nominale $0,45 \mu\text{m}$ et $0,4 \mu\text{m}$.

Il convient que le matériau ne libère ni n'absorbe d'analytes. Nettoyer les filtres dans l'acide nitrique, $c \approx 0,1 \text{ mol/l}$ (5.5) et rincer plusieurs fois à l'eau (5.1).

6.5 Mortier d'agate, pour réduire les sédiments en fine poudre.

6.6 Pipettes, d'un volume compris entre $100 \mu\text{l}$ et $1\,000 \mu\text{l}$.

Il convient, de préférence, que les cônes des pipettes soient en plastique incolore et qu'ils ne contiennent aucun élément à doser ou que ces éléments ne soient pas relargués dans les solutions. Toujours rincer les cônes des pipettes juste avant utilisation avec la solution qui sera employée.

Selon les niveaux de concentration à déterminer, les cônes des pipettes neuves et des pipettes réutilisées peuvent être nettoyés avec de l'acide dilué. Par exemple, nettoyer avec de l'aide nitrique, $c \approx 1 \text{ mol/l}$ (5.4) et rincer à l'eau (5.1).

6.7 Spectromètre d'absorption atomique équipé d'un four graphite, équipé d'un système de correction du bruit de fond et des lampes à cathode creuse nécessaires.

Des lampes à décharge sans électrode peuvent également être utilisées.

Il faut placer un système d'évacuation au-dessus du four de façon à éliminer toutes les fumées et vapeurs qui pourraient être nocives.

6.8 Échantillonneur automatique, peut être utilisé pour améliorer la fidélité du dosage.

Suivant les niveaux de concentration à déterminer, les godets neufs de l'échantillonneur peuvent être nettoyés avec de l'acide dilué. Il convient de toujours nettoyer à l'acide les bouchons réutilisés. Par exemple, nettoyer les récipients à l'acide nitrique, $c \approx 1 \text{ mol/l}$ (5.4) et rincer à l'eau (5.1). En cas d'utilisation pour les dosages à très bas niveau ($< 0,1 \mu\text{g/l}$), il peut être nécessaire de procéder à un nettoyage supplémentaire avant utilisation en les remplissant d'un acide de même type et de même concentration que dans les échantillons à analyser. Laisser reposer pendant au moins 2 h. Rincer plusieurs fois à l'eau (5.1).

6.9 Tubes graphites, avec revêtement pyrolytique munis de plates-formes, sont utilisés de préférence pour les éléments très et moyennement volatils, tandis qu'il peut être nécessaire d'atomiser directement du tube les éléments faiblement volatils.

À condition d'obtenir des résultats satisfaisants, il convient de suivre les recommandations du fabricant en ce qui concerne l'utilisation de tubes graphites et de plates-formes.

ITeC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Échantillonnage et prétraitement

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20bde03c-8c03-43e3-995f-08487008d80d/iso-15586-2003>

7.1 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément aux Normes ISO 5667-1, ISO 5667-2, ISO 5667-3, ISO 5667-4, ISO 5667-5, ISO 5667-6, ISO 5667-10, ISO 5667-11 et ISO 5667-15.

Il convient que le matériel d'échantillonnage soit conçu de manière à empêcher l'échantillon d'eau d'entrer en contact avec des parties métalliques. Il convient qu'il soit en matière plastique ne libérant pas d'élément à doser dans l'échantillon et qu'il soit adapté à un nettoyage à l'acide chlorhydrique dilué.

7.2 Prétraitement des échantillons d'eau

7.2.1 Généralités

Il convient que le prétraitement et l'analyse des échantillons contenant des éléments en concentration particulièrement faible, soient effectués dans des conditions de «laboratoire propre». La technique du «laboratoire propre» nécessite l'alimentation du laboratoire en air filtré et la protection permanente des échantillons contre une contamination provenant de différentes sources. Dans certains cas, une autre solution appropriée est permise, à savoir l'utilisation de hottes de paille avec flux d'air laminaire filtré sous faible surpression.

Les éléments traces dans les échantillons d'eau sont analysés dans l'une ou plusieurs des fractions suivantes.

- Stabilisés par addition d'acide (non filtré). L'échantillon est soumis à un traitement de conservation en ajoutant de l'acide nitrique et il convient de laisser les particules sédimenter avant analyse.
- Filtrés (dissous). L'échantillon est filtré sur une membrane filtrante ou un filtre capillaire et le filtrat est soumis à un traitement de conservation en ajoutant de l'acide nitrique.

- c) Digestion dans l'acide. Après traitement de conservation, l'échantillon est digéré avec de l'acide nitrique ou de l'eau régale.

Conserver les échantillons stabilisés d'eau au froid conformément à l'ISO 5667-3 jusqu'à l'analyse (1 °C à 5 °C).

7.2.2 Filtration

Il est nécessaire de filtrer les échantillons si l'on analyse les formes dissoutes des éléments à l'état de traces. Filtrer l'échantillon immédiatement après l'échantillonnage et avant le traitement de conservation. Éviter tout équipement où l'échantillon peut entrer en contact avec des parties métalliques. Pour réduire le risque de contamination, il est préférable de procéder à une filtration sous pression plutôt que sous vide.

Préparer au moins une solution à blanc par filtration (et acidification) de l'eau (5.1) de la même manière que les échantillons pour essai.

7.2.3 Conservation

Conserver les échantillons d'eau conformément à l'ISO 5667-3. Pour obtenir des échantillons de pH < 2, ajouter 0,5 ml d'acide nitrique concentré (5.2) pour 100 ml d'échantillon. Pour le traitement d'échantillons d'eau très alcalins, il peut être nécessaire d'ajouter plus d'acide. Il est important d'ajouter suffisamment d'acide dans l'échantillon afin d'éviter la perte d'éléments par des effets d'adsorption. Consigner dans le rapport la quantité d'acide ajoutée.

Pour éviter tout risque de contamination, conserver de préférence les échantillons au laboratoire, dans une atmosphère propre. Pour la solution à blanc du réactif, conserver l'eau (5.1) de la même façon que les échantillons pour essai.

7.2.4 Digestion d'échantillons d'eau

Les méthodes de digestion de l'eau à l'eau régale et à l'acide nitrique sont respectivement spécifiées dans les ISO 15587-1 et ISO 15587-2. Le chlorure pouvant créer d'importantes interférences dans la technique du four graphite, il est recommandé de procéder à une digestion à l'acide nitrique. Pour certains éléments (par exemple le Sb dans la présente Norme internationale), l'acide nitrique n'est pas approprié et il convient d'utiliser de l'eau régale.

Préparer au moins une solution à blanc par digestion de l'eau (5.1) de la même façon que les échantillons pour essai.

Avant analyse des solutions de digestion, compléter au volume avec de l'eau (5.1).

7.3 Prétraitement des échantillons de sédiments

7.3.1 Conservation des échantillons de sédiments

Après échantillonnage, conserver les échantillons de sédiments dans leurs récipients d'origine (6.2) au réfrigérateur ou congelés jusqu'au traitement ultérieur (ISO 5667-15).

En cas de dosage sur un échantillon sec, l'échantillon est de préférence lyophilisé ou bien séché à 105 °C pendant 24 h. Broyer l'échantillon séché dans un mortier d'agate (6.5), homogénéiser et tamiser, si nécessaire.

Les sédiments secs sont hygroscopiques et absorberont l'humidité s'ils sont stockés. Les échantillons lyophilisés contiennent quelques pour cent d'eau. Il est nécessaire de contrôler la teneur en eau en séchant un sous-échantillon à 105 °C avant digestion et analyse.

7.3.2 Digestion d'échantillons de sédiments

Voir Annexe B.