
**Qualité du sol — Dosage des éléments
traces dans des extraits de sol par
spectrométrie d'émission atomique
avec plasma induit par haute fréquence
(ICP-AES)**

*Soil quality — Determination of trace elements in extracts of soil by
inductively coupled plasma - atomic emission spectrometry (ICP-AES)*
(standards.iteh.ai)

ISO 22036:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d991af76-5cfd-42f4-a3b5-5f1f6caf5df6/iso-22036-2008>



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 22036:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d991af76-5cfd-42f4-a3b5-5f1f6caf5df6/iso-22036-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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 Termes et définitions	2
4 Principe.....	3
5 Interférences	6
5.1 Généralités	6
5.2 Interférences spectrales	6
5.3 Interférences non spectrales	8
6 Réactifs.....	8
7 Instrumentation	10
8 Mode opératoire.....	11
8.1 Nettoyage de la verrerie.....	11
8.2 Paramètres relatifs aux performances de l'instrument.....	11
8.3 Optimisation des instruments.....	11
8.4 Alignement du spectromètre.....	11
8.5 Méthodes d'étalonnage.....	13
8.6 Solutions à préparer.....	13
8.7 Mode opératoire de mesurage	14
9 Calcul des résultats.....	15
10 Fidélité	15
11 Expression des résultats.....	15
12 Rapport d'essai.....	16
Annexe A (informative) Répétabilité et fidélité des résultats	17
Annexe B (informative) Interférences	20
Bibliographie.....	34

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 22036 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 22036:2008
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d991af76-5cfd-42f4-a3b5-5f1f6caf5df6/iso-22036-2008>

Qualité du sol — Dosage des éléments traces dans des extraits de sol par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)

AVERTISSEMENT — Il convient que les modes opératoires décrits dans la présente Norme internationale soient appliqués par des personnes formées et compétentes. Certaines méthodes et certains réactifs, y compris l'utilisation des équipements, sont potentiellement très dangereux. Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale qui ne sont pas suffisamment informés des dangers potentiels et des pratiques de sécurité associées consultent des professionnels pour avis avant de commencer toute opération.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit le dosage d'éléments traces dans des solutions de digestion ou des solutions d'extraction du sol par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) pour 34 éléments (voir Tableau 1).

Cette méthode de dosage multiéléments est applicable aux extraits de sol obtenus avec de l'eau régale conformément à l'ISO 11466, avec une solution DTPA conformément à l'ISO 14870, ou avec d'autres agents d'extraction faibles, ou aux extraits de sols destinés à être utilisés pour le dosage des teneurs élémentaires totales au moyen de la méthode de digestion par voie acide de l'ISO 14869-1 ou de la méthode par fusion de l'ISO 14869-2.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d991af76-5cfd-42f4-a3b5-310cda01922036-2008>

Le choix de la méthode d'étalonnage dépend de l'agent d'extraction et peut être adapté à la concentration en agent d'extraction.

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 Guide 32, *Étalonnage en chimie analytique et utilisation de matériaux de référence certifiés*

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

ISO 5725-1, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*

ISO 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

ISO 11466, *Qualité du sol — Extraction des éléments en traces solubles dans l'eau régale*

ISO 14869-1, *Qualité du sol — Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales — Partie 1: Mise en solution par l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique*

ISO 14869-2, *Qualité du sol — Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales — Partie 2: Mise en solution par fusion alcaline*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 5725-1, l'ISO 5725-2 et le Guide 32 de l'ISO, ainsi que les suivants, s'appliquent.

3.1

analyte

élément à déterminer

3.2

blanc de solution d'étalonnage

solution préparée de la même manière que la solution d'étalonnage, mais en omettant les analytes

3.3

solution d'essai à blanc

solution préparée de la même manière que la solution d'échantillon pour essai, mais en omettant la prise d'essai

3.4

solution d'étalonnage

solution utilisée pour étalonner l'instrument, préparée à partir de solutions mères, en y ajoutant des acides, une solution tampon, un élément de référence et des sels, en fonction des besoins

3.5

limite de détection de l'instrument

concentration la plus faible pouvant être décelée avec une probabilité statistique définie au moyen d'un instrument propre et d'une solution pure

NOTE

La solution pure est généralement de l'acide nitrique dilué.

3.6

échantillon pour laboratoire

échantillon transmis au laboratoire pour analyse

3.7

linéarité

relation directe entre le résultat de mesurage moyen et la quantité (concentration) d'analyte

3.8

limite de détection de la méthode

concentration la plus faible pouvant être décelée au moyen d'une méthode analytique spécifique avec une probabilité statistique définie pour les concentrations maximales d'éléments matriciels définies

3.9

produit chimique pur

produit chimique de la plus haute pureté disponible et dont la stœchiométrie est connue

NOTE

Il convient de connaître la teneur en analyte et en contaminants avec un degré de certitude établi.

3.10

solution mère

solution contenant une ou des concentrations d'analytes connues avec précision, préparée à partir de produits chimiques purs (3.9)

NOTE

Les solutions mères sont des matériaux de référence au sens de la définition donnée dans le Guide 30 de l'ISO.

3.11

échantillon pour essai

prise réalisée à partir de l'échantillon pour laboratoire après homogénéisation, broyage, division, etc.

3.12

solution d'échantillon pour essai

solution préparée après extraction ou dissolution de l'échantillon pour essai selon des spécifications appropriées

NOTE La solution d'échantillon pour essai est destinée à être utilisée pour le mesurage.

4 Principe

La spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) peut être utilisée pour doser les éléments traces dans une solution. La solution est dispersée à l'aide d'un nébuliseur approprié, l'aérosol obtenu étant transporté dans la torche à plasma. Le solvant est évaporé dans un plasma induit par haute fréquence, les sels formés sont ensuite vaporisés, dissociés, atomisés et ionisés. Les atomes ou les ions sont soumis à une excitation thermique et le nombre de photons émis au cours de la transition vers un niveau d'énergie inférieur est mesuré par spectrométrie d'émission optique. Un spectromètre à réseau permet de disperser les spectres, tandis que des dispositifs photosensibles permettent de contrôler les intensités des raies d'émission. La longueur d'onde du rayonnement (énergie des photons) permet d'identifier l'élément, tandis que la concentration de ce dernier est proportionnelle à l'intensité du rayonnement (nombre de photons). La méthode ICP-AES peut être utilisée pour des dosages multiéléments au moyen de systèmes optiques séquentiels ou simultanés, avec une observation axiale ou radiale du plasma.

Le Tableau 1 donne des exemples de longueurs d'ondes et de limites de détection recommandées pour un instrument. Les données fournies sont valables pour de l'eau acidifiée avec de l'acide nitrique mesurée au moyen d'un instrument optimisé. L'utilisation d'autres instruments peut entraîner des limites de détection différentes. Il est possible d'utiliser d'autres longueurs d'ondes.

Tableau 1 — Longueurs d'ondes recommandées et limites de détection estimées pour des éléments et des longueurs d'ondes sélectionnés, obtenus au moyen d'un dispositif ICP-AES Varian, Vista-MPX mégapixel (caractéristiques de détecteur CCD)^[9]

Longueurs d'ondes et raies d'analyse de l'élément			Observation axiale		Observation radiale	
Élément	Longueur d'onde nm	Raies I = atome II = ion	Limite de détection µg/l ^a	Limite de détection mg/kg ^b	Limite de détection µg/l ^a	Limite de détection mg/kg ^b
Aluminium	396,068		1	0,10	4	0,4
	308,215	I	2,6	0,26		
	309,271	I				
	396,152	I	0,1	0,01	4	0,4
	167,078	I	0,3	0,03	1	0,1
Antimoine	206,833	I	0,5	0,5	16	1,6
	217,581	I	1,8	0,18	5	0,5
	231,146	I	2	0,2		
Arsenic	188,979		2	0,2	12	1,2
	193,696		1	0,1	11	1,1
	197,198	I	5	0,5		
	189,042	I				
	188,979	I	1,5	0,15	5	0,5
Baryum	233,527	II	0,06	0,006	0,7	0,07
	455,403	II	0,01	0,001	0,15	0,02
	493,409	II	0,04	0,004	0,15	0,02
Béryllium	313,107	II	0,03	0,003	0,15	0,02
	313,402	II	0,01	0,001	0,15	0,02
	234,861	II	0,01	0,001	0,05	0,005
Bismuth	223,061	I	1,8	0,18	6	0,6
	306,771	I	17	1,7		
	315,887					

Tableau 1 (suite)

Longueurs d'ondes et raies d'analyse de l'élément			Observation axiale		Observation radiale	
Élément	Longueur d'onde nm	Raies I = atome II = ion	Limite de détection µg/l ^a	Limite de détection mg/kg ^b	Limite de détection µg/l ^a	Limite de détection mg/kg ^b
Bore	208,959 249,678 249,772	I I I	0,7 1,1 0,5	0,07 0,11 0,05	1,2 1,5 1	0,12 0,15 0,1
Cadmium	214,438 226,502 228,802	II II II	0,1 0,11 0,20	0,01 0,011 0,02	0,5 0,6 0,5	0,05 0,06 0,05
Calcium	396,847 317,933 393,366	II II II	0,5 0,3 0,5	0,05 0,03 0,05	0,3 6,5	0,03 0,7
Chrome	267,716 205,552 206,149 283,563 284,325	II II II II II	0,1 0,3 0,2	0,01 0,03 0,02	1	0,1
Cobalt	238,892 228,616 230,786	II II II	0,4 0,4	0,04 0,04	1,2 1	0,1 0,1
Cuivre	327,396 224,700 324,754	I II I	0,3 0,6	0,03 0,06	1,5	0,1
Fer	238,204 239,562 259,940	II II II	0,3 0,5	0,03 0,05	0,9 0,7	0,09 0,07
Plomb	220,353 216,999 224,688 261,418 283,306	II I I I I	0,4 1,8	0,04 0,18	8	0,8
Lithium	670,783 460,286	I I	1,7 67	0,17 6,7	1	0,1
Magnésium	279,553 279,079 285,213 279,806	II II I II	0,02 1 0,06 1,5	0,002 0,1 0,006 0,15	0,1 4 0,25 10	0,01 0,4 0,025 1
Manganèse	257,610 260,569 279,482 293,306 403,076 259,372	II II II II I II	0,10 0,4 0,8 0,05	0,01 0,04 0,08 0,005	0,13 1	0,01 0,1
Mercure	194,227 253,652 184,890	II I I	1,2 1	0,12 0,1	2,5 2	0,25 0,20
Molybdène	202,030 204,598	II II	0,2 0,6	0,02 0,06	2 3	0,2 0,3
Nickel	231,604 221,647 216,555 232,003	II II I II	0,4 0,3 0,15	0,04 0,03 0,015	2,1 1,4	0,2 0,14

Tableau 1 (suite)

Longueurs d'ondes et raies d'analyse de l'élément			Observation axiale		Observation radiale	
Élément	Longueur d'onde nm	Raies I = atome II = ion	Limite de détection µg/l ^a	Limite de détection mg/kg ^b	Limite de détection µg/l ^a	Limite de détection mg/kg ^b
Phosphore	177,428 178,222 213,618 214,914	I I I I	1,5 7 1,3 1	0,15 0,7 0,13 0,1	25 5,3 11	2,5 0,53 1,1
Potassium	766,491 769,896	I I	0,2 23	0,02 2,3	4 12	0,4 1,2
Rubidium	780,03	I	1	0,1	5	0,5
Sélénium	196,026 203,985	I I	0,8 2,8	0,08 0,28	16	1,6
Silicium	251,611 212,412 288,158	I I I	0,9 1,3 1	0,09 0,13 0,1	2,2 5	0,22 0,5
Argent	328,068 338,289	I I	0,4 1	0,04 0,1	1 2	0,1 0,2
Sodium	589,592 588,995 330,237	I I I	0,6 12 69	0,06 1,2 6,9	1,5 15	0,2 0,15
Strontium	407,771 421,552 460,733	II II I	0,01 0,01 0,3	0,001 0,001 0,03	0,1 0,1	0,01 0,01
Soufre	181,962 182,036	I	4	0,4	13	1,3
Thallium	190,800 190,864	II II	2	0,2	13	0,1
Étain	189,933 235,484 283,998	II I I	6 23 11	0,6 2,3	8 20	0,8 2,0
Titane	336,121 334,941 337,280	II II II	0,15 0,2 0,2	0,015 0,02 0,02	1 0,25 1	0,1 0,25 0,1
Vanadium	292,402 309,310 311,837 290,882 310,230	II II II II II	0,3 0,08 0,1	0,03 0,008 0,01	2	0,2
Zinc	213,856 202,548 206,200	I II II	0,05 0,03 0,15	0,005 0,003 0,015	0,8 0,7 2	0,08 0,07 0,02

^a Limites de détection types à 3 sigmas utilisant un temps d'intégration de 30 s.

^b La limite de détection (LOD) en fraction massique de l'échantillon de sol en mg/kg de matière sèche est indiquée, en supposant qu'un échantillon pour essai de 1 g est extrait et dilué dans un volume de 100 ml. Les limites de détection indiquées dans le Tableau 1 constituent uniquement des exemples d'un équipement et de conditions de laboratoire donnés. Chaque laboratoire doit choisir des longueurs d'ondes appropriées et déterminer la limite de détection dans ses conditions de fonctionnement spécifiques.

NOTE Bien que les longueurs d'ondes indiquées dans le Tableau 1 soient souvent utilisées, elles sont données dans le cas présent uniquement en tant qu'exemple. Il est possible d'utiliser d'autres longueurs d'ondes. Pour chaque élément, la limite de détection et le domaine de linéarité varient avec la longueur d'onde, le spectromètre, les conditions de fonctionnement et la matrice de la solution échantillon. Le mesurage de solutions contenant des concentrations en sel élevées (ce qui est généralement le cas pour des solutions d'extrait de sol) entraîne une augmentation importante de la limite de détection par comparaison avec des échantillons d'eau.

La présente Norme internationale se réfère plus spécifiquement à l'utilisation de la spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence. Il est recommandé aux utilisateurs de la présente Norme internationale d'exploiter leurs résultats selon des modes opératoires de contrôle de la qualité admis. Il convient d'utiliser des matériaux de référence certifiés (MRC) de manière à déterminer les quantités des éléments appropriés dans les matériaux de référence utilisés en interne. Ces derniers peuvent être utilisés pour un contrôle de la qualité régulier des modes opératoires définis dans la présente Norme internationale.

Chaque laboratoire doit établir les résultats pour chaque élément au moyen de cartes de contrôle. Aucun résultat en dehors d'une limite admise ne doit être accepté. Les modes opératoires de contrôle de la qualité basés sur des techniques statistiques largement admises doivent servir à établir des limites stables et permettre d'établir qu'aucune dérive de longue durée ne se produit. Il convient d'utiliser des matériaux de référence certifiés de manière régulière afin de maintenir l'intégrité des matériaux de référence internes et, de ce fait, le système de contrôle de la qualité.

5 Interférences

5.1 Généralités

La présence de différents éléments de matrice dans la solution échantillon peut provoquer de sévères interférences, qui induisent des erreurs systématiques sur le signal de l'analyte. Des techniques particulières, par exemple correction du bruit de fond, éléments concomitants dans la solution d'étalonnage ou méthode des ajouts dosés, peuvent être utilisées pour compenser ces interférences.

Les interférences sont classées en interférences spectrales et non spectrales. Elles peuvent être également spécifiques ou non spécifiques à un analyte.

Les interférences spectrales (voir 5.2) sont dues à un isolement incomplet du rayonnement émis par l'analyte d'autres sources de rayonnement détectées et amplifiées par le système de détection (interférences additives).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d991af76-5cfd-42f4-a3b5-f118c1f5d83e-22036-2008>

Les interférences non spectrales (voir 5.3) sont les interférences avec lesquelles la sensibilité varie du fait de la composition des solutions à mesurer (interférences multiplicatives). L'effet de matrice observé est une interférence composite due à l'ensemble des composants dans la solution échantillon.

Le dosage des éléments traces nécessite une correction du bruit de fond. L'émission du bruit de fond doit être mesurée parallèlement aux raies d'émission de l'analyte sur des échantillons au cours de l'analyse. La position choisie pour la mesure de l'intensité du bruit de fond, sur l'un des côtés ou les deux côtés de la raie d'analyse, est déterminée par la complexité du spectre contigu à la raie d'émission de l'analyte. Il convient que la position utilisée soit la plus indépendante possible de l'interférence spectrale, et qu'elle reflète la même variation de l'intensité du bruit de fond observée au niveau de la longueur d'onde de l'analyte mesurée. L'augmentation du bruit de fond est plus importante avec des instruments à observation axiale. La correction du bruit de fond n'est pas requise dans le cas d'un élargissement des raies d'émission lorsque la mesure de la correction du bruit de fond risque de détériorer effectivement le résultat de l'analyse.

5.2 Interférences spectrales

Des exemples d'interférences spectrales sont:

- le recouvrement partiel ou complet d'une raie d'émission d'un autre élément avec celle de l'analyte; cas particulier: augmentation du bruit de fond due à un épaulement d'une raie d'émission forte située à proximité immédiate, par exemple décalage de bruit de fond pour Pb 220,353 nm sous l'effet de Al 220,463 nm;
- le recouvrement d'une bande moléculaire d'une particule multi atomique formée dans le plasma à partir du solvant, de l'air ambiant ou des gaz (par exemple N_2^+ , NO, NH, OH, CN) en association avec la raie d'émission d'un analyte;

- l'augmentation du bruit de fond due à des phénomènes de recombinaison, par exemple ensemble d'éléments homogènes émis par Al entre 190 nm et 220 nm;
- l'augmentation du bruit de fond due à la lumière parasite.

Le recouvrement d'une raie spectrale conduit habituellement à choisir une raie alternative. Si cela n'est pas possible, des modes opératoires de correction mathématiques (par exemple technique de correction inter-éléments, ajustement spectral multicomposés) peuvent être utilisées pour compenser l'interférence. La correction du bruit de fond permet de compenser un décalage parallèle du bruit de fond. L'utilisation de deux points de correction du bruit de fond de chaque côté de la crête permet de corriger un décalage de bruit de fond oblique.

Les raies les plus importantes des analytes As, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Tl et Zn ont été utilisées pour l'étude des interférences spectrales des extraits de sol obtenus avec de l'eau régale. Les éléments de sol les plus importants Al, As, Ca, Cr, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Ti, V et Zn ont servi d'éléments interférents dans les deux concentrations suivantes: 100 mg/l et 500 mg/l. Ces concentrations d'éléments dans les sols sont égales à 0,33 % et 1,67 % (en fraction massique) après extraction à l'eau régale effectuée conformément à l'ISO 11466.

Les Tableaux B.1 et B.3 de l'Annexe B fournissent un résumé des interférences spectrales éventuelles observées lors de l'analyse des extraits de sols obtenus avec de l'eau régale. Les tableaux indiquent l'élément interférent ainsi que la raie d'émission pour chaque élément. Un instrument Perkin-Elmer Optima 3000¹⁾ avec une résolution spectrale de 0,006 nm à une longueur d'onde de 200 nm a été utilisé pour l'étude présentée dans le Tableau B.1 et un instrument Varian Vista-PRO¹⁾ avec plasma axial a été utilisé pour le Tableau B.3. Les coïncidences des raies, qui dépendent de la résolution spectrale du spectromètre, deviennent uniquement perceptibles lorsque la concentration de l'élément interférent et l'analyte atteignent un niveau critique.

(standards.iteh.ai)

Dans le Tableau B.2, l'interférence est exprimée comme équivalents de la concentration de l'analyte (c'est-à-dire augmentation fautive des concentrations de l'analyte) avec une augmentation découlant de l'élément interférent à 100 mg/l et 500 mg/l, respectivement. Les données fournies sont destinées à servir de guide pour indiquer l'étendue de l'interférence éventuelle. Il convient que l'utilisateur sache que d'autres instruments peuvent présenter des niveaux d'interférence quelque peu différents de ceux indiqués dans le Tableau B.2, dans la mesure où les intensités varient avec la conception de l'instrument, les conditions de fonctionnement, par exemple la puissance, le débit du gaz d'introduction et la hauteur d'observation.

Certaines interférences spectrales éventuelles observées pour les longueurs d'ondes recommandées au moyen d'un instrument à observation axiale sont indiquées dans le Tableau B.3. Par exemple, si Cr doit être déterminé avec une longueur d'onde de 267,716 nm dans un échantillon contenant environ 100 mg/l de Al, cela produit un signal faux positif pour un niveau de Cr équivalent à environ 0,06 mg/l. Il convient que l'utilisateur tienne compte du fait que d'autres instruments peuvent présenter des niveaux d'interférence quelque peu différents de ceux indiqués dans le Tableau B.3. Les effets d'interférence doivent être évalués pour chaque instrument individuel, qu'il soit configuré comme instrument séquentiel ou simultané. Pour chaque instrument, les intensités varient non seulement avec la résolution optique, mais également avec les conditions de fonctionnement (telles que la puissance, la hauteur d'observation et le débit d'argon). Lorsqu'il utilise les longueurs d'ondes recommandées, l'analyste est appelé à déterminer et à indiquer, pour chaque longueur d'onde, l'effet des interférences référencées (voir Tableau B.3) ainsi que de toutes autres interférences présumées qui peuvent être spécifiques à l'instrument ou à la matrice. Il convient que l'analyste utilise un programme informatique pour une correction automatique de toutes les analyses.

1) Perkin-Elmer Optima 3000 et Varian Vista-Pro sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

5.3 Interférences non spectrales

Les interférences non spectrales peuvent se produire lors de la nébulisation ou de l'introduction de l'échantillon (nature physique), ou également dans le plasma proprement dit (nature à la fois physique et chimique).

Les interférences liées au transport sont dues aux différences constatées au niveau des propriétés physiques (viscosité, tension superficielle, masse volumique) entre les solutions d'échantillon pour essai et les solutions d'étalonnage. Ces interférences sont provoquées par les différences de teneur en solides dissous (par exemple sels, substances organiques) ainsi que par les différences observées au niveau du type d'acide ou de la concentration en acide. Par conséquent, l'apport de solution au nébuliseur, l'efficacité de la nébulisation et la répartition des tailles des gouttelettes de l'aérosol s'en trouvent affectées, ce qui entraîne une variation de la sensibilité. La dilution des solutions, l'adaptation de la matrice, la technique des ajouts dosés ou l'application de la méthode des éléments de référence (normalisation interne) peuvent éviter toutes les erreurs dues à ces interférences.

Les interférences par excitation provoquent des variations de la sensibilité du fait de la modification des conditions de fonctionnement du plasma suite à l'introduction de la matrice. Ces modifications sont dues à un changement des conditions d'excitation du plasma, lui-même provoqué par des éléments facilement ionisables tels que les métaux alcalins. L'effet d'exaltation ou de dépression des éléments facilement ionisables sur l'émission de l'analyte dépend des conditions de fonctionnement du plasma (par exemple puissance, débit du gaz d'introduction de l'échantillon, hauteur d'observation) et diffère d'un élément à l'autre. L'amélioration des conditions de fonctionnement du plasma peut par conséquent réduire les interférences par excitation. La dilution des solutions, l'adaptation de la matrice ou la méthode des ajouts dosés constituent d'autres pratiques possibles.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

6 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

[ISO 22036:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d991af76-5cfd-42f4-a3b5-5f1f6caf5df6/iso-22036-2008)

6.1 Eau.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d991af76-5cfd-42f4-a3b5-5f1f6caf5df6/iso-22036-2008>

Utiliser de l'eau déminéralisée ou de l'eau distillée dans un appareil en verre, conforme à la Classe 2 de l'ISO 3696. Les concentrations en éléments de l'eau utilisée pour les essais à blanc et pour préparer les réactifs et les solutions d'étalonnage doivent être négligeables par rapport à la concentration la plus faible à déterminer dans les solutions d'échantillon pour essai.

Un exemple de réactifs utilisés pour les extractions dans l'eau régale conformément à l'ISO 11466 est donné ci-dessous. Il convient de préparer les réactifs basés sur d'autres Normes internationales ou d'autres documents en conséquence.

6.2 Acide nitrique, $w(\text{HNO}_3) = 65\%$; $\sim 1,40 \text{ g/ml}$.

Le même lot d'acide nitrique doit être utilisé pour l'ensemble du mode opératoire.

6.3 Acide nitrique (1+1).

Ajouter 500 ml d'acide nitrique (6.2) à 400 ml d'eau, mélanger et diluer dans un volume de 1 l.

6.4 Acide chlorhydrique, $w(\text{HCl}) = 37\%$; $\sim 1,18 \text{ g/ml}$.

Le même lot d'acide chlorhydrique doit être utilisé pour l'ensemble du mode opératoire.

6.5 Acide chlorhydrique (1+1).

Ajouter 500 ml d'acide chlorhydrique (6.4) à 400 ml d'eau (6.1), mélanger et diluer dans un volume de 1 l.

D'autres réactifs utilisés pour la dissolution ou l'extraction d'échantillons de sol sont décrits dans les normes appropriées.

6.6 Préparation des solutions mères et des solutions étalons constituées d'éléments individuels.

Il existe deux sources de solutions mères:

- les solutions mères disponibles dans le commerce;
- les solutions mères préparées en laboratoire à partir d'éléments purs, ou de sels ou d'oxydes définis de manière stœchiométrique. Les concentrations des solutions à un seul élément sont de 1 000 mg/l.

NOTE Les solutions mères disponibles dans le commerce présentent l'avantage de ne pas imposer à l'utilisateur de manipulation directe des métaux toxiques, notamment le thallium. Une attention toute particulière doit toutefois être accordée au fait que ces solutions comportent des éléments certifiés provenant d'une source fiable et sont vérifiées de manière régulière.

6.7 Solutions étalons intermédiaires.

Des solutions étalons intermédiaires peuvent être préparées pour chaque analyte individuel, ou pour des solutions étalons multiéléments, par dilution des solutions mères. Il convient de stabiliser ces solutions en ajoutant 10 ml d'acide nitrique (6.3) à 100 ml de solution. Il convient d'éliminer les solutions intermédiaires, dont la stabilité est très limitée, au bout de trois mois selon la concentration de chaque solution.

6.8 Solutions étalons multiéléments.

Si plusieurs éléments sont à déterminer dans chaque échantillon, il peut être plus pratique de préparer des solutions étalons multiéléments.

Les solutions étalons multiéléments proposées sont les suivantes:

— Solution étalon multiéléments 1:

Al, B, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Pb, Li, Mn, Mo, Ni, V, Bi, Sr, Zn, Zr et 10 ml d'acide nitrique (6.3) dans 100 ml.

— Solution étalon multiéléments 2:

As, Se, Sb, Sn et Tl avec 5 ml d'acide nitrique (6.3) et 40 ml d'acide chlorhydrique (6.5) dans 100 ml.

— Solution étalon multiéléments 3:

Ca, Mg, Na, K, Ba, Ti et 10 ml d'acide nitrique (6.3) dans 100 ml.

Il convient d'utiliser l'adaptation de la matrice en cas d'observation de concentrations élevées d'éléments co-extraits tels que Al, Ca, Fe, Mg, Na ou K. La stabilité de la solution d'étalonnage peut être vérifiée par une comparaison régulière de cette dernière avec des solutions nouvellement préparées.

Il convient d'accorder une attention toute particulière à la préparation des solutions étalons multiéléments afin de s'assurer de la compatibilité des éléments et de leur stabilité réciproque. D'autres combinaisons d'éléments sont également possibles et dépendent du travail d'analyse. Il convient d'utiliser uniquement des produits chimiques purs afin d'éviter toute contamination croisée. Il convient de stocker les solutions diluées dans des bouteilles propres en PFA, en tétrafluoroéthylène-hexafluoropropylène, HDPE ou PP. Pour des concentrations inférieures à 1 mg/l, la stabilité est limitée et doit faire l'objet d'une vérification.

6.9 Solution composée d'éléments de référence.

Sc, Y ou Lu est couramment utilisé comme élément de référence (étalon interne). Il convient d'utiliser une concentration de 5 mg/l dans une solution d'acide nitrique (6.3). Il convient d'ajouter cette concentration aux solutions d'essai à blanc, aux solutions d'étalonnage, aux solutions de contrôle de la qualité et aux solutions pour essai.