

---

---

**Qualité du sol — Dosage de l'arsenic,  
de l'antimoine et du sélénium dans des  
extraits du sol à l'eau régale par  
spectrométrie d'absorption atomique  
avec atomisation électrothermique ou  
génératrice d'hydrures**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

*Soil quality — Determination of arsenic, antimony and selenium in aqua  
regia soil extracts with electrothermal or hydride-generation atomic  
absorption spectrometry*

ISO 20280:2007

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a16246fc-25a7-490f-a134-  
b424e5c0c254/iso-20280-2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a16246fc-25a7-490f-a134-b424e5c0c254/iso-20280-2007)



**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 20280:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a16246fc-25a7-490f-a134-b424e5c0c254/iso-20280-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a16246fc-25a7-490f-a134-b424e5c0c254/iso-20280-2007>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2007

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application.....</b>	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives .....</b>	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe.....</b>	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Réactifs .....</b>	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage .....</b>	<b>4</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire .....</b>	<b>5</b>
<b>6.1</b> <b>Prise d'essai .....</b>	<b>5</b>
<b>6.2</b> <b>Extraction à l'eau régale de l'arsenic, de l'antimoine et du sélénium.....</b>	<b>5</b>
<b>6.3</b> <b>Essai à blanc .....</b>	<b>5</b>
<b>7</b> <b>Méthode A — Spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique: préparation des solutions d'étalonnage et mesurage .....</b>	<b>6</b>
<b>7.1</b> <b>Généralités .....</b>	<b>6</b>
<b>7.2</b> <b>Solutions d'étalonnage pour l'arsenic.....</b>	<b>6</b>
<b>7.3</b> <b>Solutions d'étalonnage pour l'antimoine.....</b>	<b>6</b>
<b>7.4</b> <b>Solutions d'étalonnage pour le sélénium.....</b>	<b>6</b>
<b>7.5</b> <b>Étalonnage et dosage par SAAE.....</b>	<b>6</b>
<b>8</b> <b>Méthode B — Spectrométrie d'absorption atomique avec génération d'hydrures: préparation des solutions d'étalonnage et mesurage .....</b>	<b>8</b>
<b>8.1</b> <b>Préréduction et étalonnage pour le dosage de l'arsenic.....</b>	<b>8</b>
<b>8.2</b> <b>Préréduction et étalonnage pour le dosage de l'antimoine.....</b>	<b>8</b>
<b>8.3</b> <b>Préréduction et étalonnage pour le dosage du sélénium.....</b>	<b>8</b>
<b>8.4</b> <b>Mesurage des solutions d'essai et d'étalonnage par spectrométrie d'absorption atomique avec génération d'hydrures.....</b>	<b>9</b>
<b>9</b> <b>Tracé de la courbe d'étalonnage.....</b>	<b>9</b>
<b>10</b> <b>Calculs .....</b>	<b>9</b>
<b>10.1</b> <b>Généralités .....</b>	<b>9</b>
<b>10.2</b> <b>Calcul suivant la méthode des ajouts dosés .....</b>	<b>10</b>
<b>11</b> <b>Expression des résultats .....</b>	<b>10</b>
<b>12</b> <b>Interférences .....</b>	<b>10</b>
<b>13</b> <b>Données relatives à la fidélité .....</b>	<b>11</b>
<b>14</b> <b>Rapport d'essai .....</b>	<b>15</b>
<b>Bibliographie .....</b>	<b>16</b>

## 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 20280 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 20280:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a16246fc-25a7-490f-a134-b424e5c0c254/iso-20280-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a16246fc-25a7-490f-a134-b424e5c0c254/iso-20280-2007>

# Qualité du sol — Dosage de l'arsenic, de l'antimoine et du sélénium dans des extraits du sol à l'eau régale par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique ou génération d'hydrures

**AVERTISSEMENT** — Certains modes opératoires, réactifs et appareillages utilisés dans le cadre de la présente Norme Internationale peuvent se révéler dangereux, notamment du fait de l'emploi d'acides concentrés, de solutions toxiques d'arsenic (As), d'antimoine (Sb) et de sélénium (Se), et de gaz sous haute pression. Il convient que les utilisateurs de la présente norme connaissent bien les procédures de sécurité à appliquer dans ces situations ainsi que les exigences légales (y compris en ce qui concerne l'élimination des déchets). En cas de doute, consulter les autorités compétentes pour avis.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de dosage de l'arsenic, de l'antimoine et du sélénium dans un extrait de sol à l'eau régale obtenu conformément à l'ISO 11466, par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique ou génération d'hydrures.

## 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

ISO 11464:2006, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*

ISO 11465:1993, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

ISO 11466:1995, *Qualité du sol — Extraction des éléments en traces solubles dans l'eau régale*

## 3 Principe

L'arsenic, l'antimoine et le sélénium sont extraits des échantillons de sol par l'eau régale conformément à l'ISO 11466. L'arsenic, l'antimoine et le sélénium sont ensuite dosés par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique (SAAAE) au cours de laquelle de faibles volumes de solution d'échantillon sont introduits dans un tube en graphite. L'augmentation par paliers de la température du tube permet de réaliser les processus de séchage, de décomposition thermique de la matrice et de dissociation thermique en atomes libres. Il convient que le signal d'absorption qui en résulte prenne (dans des conditions optimales) la forme d'un pic bien net et symétrique, proportionnel à la concentration de l'élément dans la solution.

Une autre solution consiste à doser l'arsenic, l'antimoine et le sélénium par spectrométrie d'absorption atomique en utilisant la technique de la génération d'hydrures (SAAGH). L'arsenic et l'antimoine sont d'abord préréduits dans l'extrait à l'eau régale par un mélange d'acide ascorbique et d'iodure de potassium. Le sélénium est préréduit par l'acide chlorhydrique à haute température. Ensuite, les hydrures sont formés par réaction avec une solution de borohydrure de sodium. Les hydrures sont extraits de la solution par un courant d'argon et transférés jusqu'à une cuve en quartz chauffée, où ils sont décomposés à 900 °C; la concentration atomique en arsenic et en antimoine est alors mesurée. Il existe plusieurs systèmes dans le commerce pour lesquels la génération d'hydrures se déroule en continu (systèmes en flux continu ou à injection de flux) ou de manière discontinue (systèmes réacteur fermé). Toutes ces techniques peuvent être utilisées; toutefois, il peut être nécessaire de procéder à des adaptations des étapes de dosage et des concentrations en réactifs en se conformant aux recommandations du fabricant. Se référer aux recommandations du fabricant sur les longueurs d'ondes et les largeurs de bande spectrale ou voir le Tableau 1.

Tableau 1 — Conditions de mesurage pour l'arsenic, l'antimoine et le sélénium

Élément	Longueur d'onde nm	Largeur de bande spectrale nm
Arsenic	193,7	0,7
Antimoine	217,6	1,0
Sélénium	196,0	1,0

#### 4 Réactifs

## iTeh STANDARD PREVIEW

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Utiliser de l'eau déminéralisée ou de l'eau distillée provenant d'un appareillage en verre, conforme à la qualité 2 de l'ISO 3696. L'eau utilisée pour les dosages à blanc et pour préparer les réactifs et les solutions étalons doit avoir des concentrations en éléments à doser négligeables en comparaison avec la plus faible concentration à déterminer dans les solutions échantillons.

##### 4.1 Acide chlorhydrique, $w(\text{HCl}) = 37 \%$ , $\rho(\text{HCl}) \approx 1,2 \text{ g/ml}$ .

Utiliser le même lot d'acide chlorhydrique pendant la totalité du mode opératoire.

##### 4.2 Acide chlorhydrique, dilué (1 + 9).

Verser 500 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (4.1) avec précaution, mélanger et compléter au trait avec de l'eau.

##### 4.3 Acide nitrique, $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$ , $\rho(\text{HNO}_3) \approx 1,4 \text{ g/ml}$ .

Utiliser le même lot d'acide nitrique pendant la totalité du mode opératoire.

##### 4.4 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

Verser 500 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 22 ml d'acide nitrique (4.3) avec précaution, mélanger et compléter au trait avec de l'eau.

##### 4.5 Solution d'eau régale, diluée (1 + 9).

Verser 500 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 75 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et 25 ml d'acide nitrique (4.3) avec précaution, mélanger et compléter au trait avec de l'eau.

#### 4.6 Solution de modificateur au nitrate de palladium/nitrate de magnésium.

Il est possible d'utiliser:

- les solutions de modificateur disponibles dans le commerce;
- des solutions de modificateur préparées au laboratoire à partir d'éléments purs pour le palladium (par exemple de la poudre) ou à partir de sels secs et stœchiométriquement définis.

Dissoudre 0,30 g de nitrate de palladium  $[Pd(NO_3)_2]$  et 0,36 g de nitrate de magnésium  $[Mg(NO_3)_2,6 H_2O]$  dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au trait avec de l'acide nitrique à 0,5 mol/l (4.4) et mélanger.

Une autre solution consiste à préparer la solution de modificateur au nitrate de palladium/nitrate de magnésium de la façon suivante: dans un bécher de 250 ml, dissoudre 0,14 g de palladium en poudre dans 3,5 ml d'acide nitrique (4.3) et ajouter 10  $\mu$ l d'acide chlorhydrique (4.1). Faire évaporer cette solution presque à sec dans un bain thermostaté ou sur une plaque chauffante, puis ajouter 0,36 g de nitrate de magnésium  $[Mg(NO_3)_2,6 H_2O]$ . Dissoudre ce résidu solide dans 50 ml d'acide nitrique (4.4), transférer la solution ainsi obtenue dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au trait avec de l'acide nitrique (4.4) et mélanger. 10  $\mu$ l de cette solution équivalent à 14  $\mu$ g de Pd et 36  $\mu$ g de  $Mg(NO_3)_2$ .

NOTE Les recommandations des fabricants de l'instrument sont susceptibles de proposer différentes concentrations de solution de modificateur. Des recommandations relatives à un modificateur approprié aux rapports d'analyte sont aussi susceptibles d'être données; elles dépendent de la conception du four.

#### 4.7 Solution de préréduction d'acide ascorbique et d'iodure de potassium.

Dissoudre 10 g d'iodure de potassium (KI) et 10 g d'acide ascorbique ( $C_6H_8O_6$ ) dans 200 ml d'eau. Cette solution doit être préparée le jour de son utilisation.

#### 4.8 Solution de borohydrure de sodium.

La composition de cette solution dépend du système de génération d'hydrures utilisé. En général, la concentration en borohydrure de sodium ( $NaBH_4$ ) est comprise entre 0,2 g/l et 10 g/l et la concentration en hydroxyde de sodium est comprise entre 0,5 g/l et 5 g/l. Se référer aux instructions du fabricant pour obtenir de plus amples informations.

Dissoudre une quantité appropriée d'hydroxyde de sodium dans de l'eau, ajouter une quantité appropriée de borohydrure de sodium, attendre jusqu'à dissolution complète, filtrer la solution à travers une membrane filtrante de 0,45  $\mu$ m de porosité dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait et mélanger. Il convient de préparer cette solution extemporanément le jour de son utilisation.

#### 4.9 Préparation des solutions mères et solutions étalons des divers éléments.

Il existe deux sources de solutions mères:

- les solutions mères disponibles dans le commerce;
- les solutions mères préparées au laboratoire à partir d'éléments purs ou d'oxydes ou sels secs et stœchiométriquement définis.

NOTE Les solutions mères disponibles dans le commerce présentent l'avantage d'éviter à l'opérateur de manipuler des métaux toxiques. Cependant, il faut veiller à vérifier en particulier que ces solutions sont, d'une part, fournies avec une composition certifiée, en provenance d'une source réputée et, d'autre part, contrôlées à intervalles réguliers.

**AVERTISSEMENT — L'arsenic, l'antimoine et le sélénium sont hautement toxiques. Prendre les mesures appropriées pour éviter toute ingestion. Des précautions doivent être prises lors de la mise au rebut de ces solutions.**

#### 4.10 Solution mère d'arsenic, ayant une concentration en arsenic de 1 000 mg/l.

**4.11 Solution étalon d'arsenic**, ayant une concentration en arsenic de 100 mg/l.

Introduire à la pipette 10,0 ml de la solution mère d'arsenic (4.10) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 1 ml d'acide nitrique (4.3) et compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Bien mélanger.

**4.12 Solution étalon d'arsenic**, ayant une concentration en arsenic de 1 mg/l.

Introduire à la pipette 1,00 ml de la solution étalon d'arsenic à 100 mg/l (4.11) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.3) et compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Bien mélanger. Préparer cette solution au minimum chaque semaine.

**4.13 Solution mère d'antimoine**, ayant une concentration en antimoine de 1 000 mg/l.

**4.14 Solution étalon d'antimoine**, ayant une concentration en antimoine de 100 mg/l.

Introduire à la pipette 10,0 ml de la solution mère d'antimoine (4.13) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.3) et 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1), et compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Bien mélanger.

**4.15 Solution étalon d'antimoine**, ayant une concentration en antimoine de 1 mg/l.

Introduire à la pipette 1,00 ml de la solution étalon d'antimoine à 100 mg/l (4.14) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.3) et 2 ml d'acide chlorhydrique (4.1), et compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Bien mélanger. Préparer cette solution au minimum chaque semaine.

**4.16 Solution mère de sélénium**, ayant une concentration en sélénium de 1 000 mg/l.

**4.17 Solution étalon de sélénium**, ayant une concentration en sélénium de 100 mg/l.

Introduire à la pipette 10,0 ml de la solution mère de sélénium (4.16) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 1 ml d'acide nitrique (4.3) et compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Bien mélanger.

**4.18 Solution étalon de sélénium**, ayant une concentration en sélénium de 1 mg/l.

Introduire à la pipette 1,00 ml de la solution étalon de sélénium à 100 mg/l (4.17) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.3) et compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Bien mélanger. Préparer cette solution au minimum chaque semaine.

**4.19 Solution de 1,10-phénanthroline monohydratée.**

Dissoudre 10 g de 1,10-phénanthroline monohydratée ( $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ ) dans 100 ml d'eau. Cette solution doit être préparée le jour de son utilisation.

## 5 Appareillage

### 5.1 Généralités

Appareillage courant de laboratoire.

Il est préférable d'utiliser des récipients en quartz pendant la totalité du mode opératoire [en particulier s'il faut utiliser pour le mesurage de faibles plages d'étalonnage (de 0,1 µg/l à 1 µg/l)].

NOTE Nettoyage de la verrerie: toute la verrerie utilisée doit être nettoyée soigneusement avant utilisation, par exemple par immersion dans une solution aqueuse d'acide nitrique  $\rho(HNO_3) \approx 50$  ml/l pendant au moins six heures, suivie d'un rinçage à l'eau avant utilisation. Il peut être utile de réserver un jeu de verrerie exclusivement à ces dosages.

## 5.2 Bain thermostaté.

**5.3 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'une lampe spécifique de l'élément, à cathode creuse ou, de préférence, à décharge à haute énergie (ce qui donne une intensité lumineuse plus grande et plus stable) fonctionnant avec le courant recommandé par le fabricant de la lampe et de l'instrument, d'un dispositif automatique de correction de fond, de préférence à effet Zeeman pour le dosage par SAAAE, et d'un dispositif de traitement du signal assisté par ordinateur.

**5.4 Atomiseur électrothermique**, équipé d'un système automatique d'introduction de l'échantillon (distributeur d'échantillon) qu'il convient de pouvoir adapter sur le spectromètre d'absorption atomique (5.3).

**5.5 Système de génération d'hydrures**, disponible dans le commerce dans lequel la réaction se déroule en continu (systèmes à flux continu ou à injection de flux) ou de manière discontinue (systèmes à réacteur fermé) est utilisé. Il convient que le système soit adapté sur le spectromètre d'absorption atomique (5.3). Chauffer la cellule de quartz à 900 °C minimum afin d'obtenir la dissociation complète des hydrures métalliques.

**AVERTISSEMENT — Il est essentiel de respecter de manière stricte les recommandations du fabricant en matière de sécurité. Les hydrures métalliques sont hautement toxiques. Des précautions doivent être prises pour éviter toute inhalation de ces gaz.**

NOTE Lorsque l'on utilise un système automatique pour la génération des hydrures où la réaction se déroule en continu (systèmes à flux continu ou à injection de flux), il est nécessaire d'optimiser la concentration en borohydrure de sodium, la durée de la réaction et la configuration du séparateur gaz-liquide en raison de la cinétique lente des réactions dans ce système réducteur. Des interférences sévères avec la matrice sont possibles.

## iTeh STANDARD PREVIEW

## 6 Mode opératoire (standards.iteh.ai)

### 6.1 Prise d'essai ISO 20280:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a16246fc-25a7-490f-a134-424600224480/iso-20280-2007>

Broyer une prise représentative d'échantillon séché à l'air (préparé conformément à l'ISO 11464) jusqu'à ce qu'elle passe entièrement à travers les mailles d'un tamis de 150 µm jusqu'à obtention d'un sous-échantillon d'environ 20 g. Utiliser une autre prise que celle-ci pour déterminer la matière sèche conformément à l'ISO 11465.

### 6.2 Extraction à l'eau régale de l'arsenic, de l'antimoine et du sélénium

#### 6.2.1 Prise d'essai en solution

Extraire les échantillons de sol à l'eau régale conformément à l'ISO 11466. Si la fraction massique d'éléments dans les échantillons de sol est faible, utiliser une autre dilution adaptée à la plage d'étalonnage. Pour le dosage par SAAAE, une dilution dans une proportion de 1 + 9 est décrite comme exemple.

#### 6.2.2 Prise d'essai en solution, diluée (1 + 9)

Diluer 10,00 ml de solution d'essai (6.2.1) dans une fiole jaugée de 100 ml avec de l'eau, compléter au trait et mélanger.

### 6.3 Essai à blanc

#### 6.3.1 Solution d'essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en même temps que le dosage et en suivant le même mode opératoire d'extraction à l'eau régale que celui indiqué dans l'ISO 11466, en utilisant les mêmes quantités de réactifs que pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

### 6.3.2 Solution d'essai à blanc, diluée (1 + 9)

Diluer 10,00 ml de solution d'essai à blanc (6.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml avec de l'eau, compléter au trait et mélanger.

## 7 Méthode A — Spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique: préparation des solutions d'étalonnage et mesurage

### 7.1 Généralités

Les solutions étalons doivent être préparées avant chaque série de déterminations.

### 7.2 Solutions d'étalonnage pour l'arsenic

Prélever à la pipette 0 ml, 2,00 ml, 4,00 ml et 6,00 ml de la solution étalon d'arsenic à 1 mg/l (4.12) et introduire ces quantités dans une série de fioles jaugées de 100 ml, puis diluer au trait avec l'eau régale en solution (1 + 9) (4.5) et bien mélanger. Ces solutions correspondent respectivement à des concentrations en arsenic de 0 µg/l, 20 µg/l, 40 µg/l et 60 µg/l.

### 7.3 Solutions d'étalonnage pour l'antimoine

Prélever à la pipette 0 ml, 5,00 ml, 10,00 ml et 15,00 ml de la solution étalon d'antimoine à 1 mg/l (4.15) et introduire ces quantités dans une série de fioles jaugées de 100 ml, puis diluer au trait avec l'eau régale en solution (1 + 9) (4.5) et bien mélanger. Ces solutions correspondent respectivement à des concentrations en antimoine de 0 µg/l, 50 µg/l, 100 µg/l et 150 µg/l.

### 7.4 Solutions d'étalonnage pour le sélénium

Prélever à la pipette 0 ml, 2,00 ml, 4,00 ml et 6,00 ml de la solution étalon de sélénium à 1 mg/l (4.18) et introduire ces quantités dans une série de fioles jaugées de 100 ml, puis diluer au trait avec l'eau régale en solution (1 + 9) (4.5) et bien mélanger. Ces solutions correspondent respectivement à des concentrations en sélénium de 0 µg/l, 20 µg/l, 40 µg/l et 60 µg/l.

### 7.5 Étalonnage et dosage par SAAAE

#### 7.5.1 Généralités

Régler l'instrument et aligner l'atomiseur électrothermique conformément aux instructions du fabricant. Il est essentiel d'utiliser une correction de fond.

Déterminer les paramètres optimaux de l'atomiseur électrothermique en fonction du type particulier de l'atomiseur et de la taille de l'échantillon, conformément aux recommandations du fabricant de l'instrument ou aux pratiques normales de laboratoire (Tableau 2). Les températures indiquées sont seulement des valeurs approximatives. Il convient d'optimiser le programme de température selon l'instrument utilisé. Se référer aux recommandations du fabricant ou voir le Tableau 2.

Tableau 2 — Conditions recommandées pour effectuer le dosage par SAAAE

	As	Sb	Se
Longueur d'onde en nm	193,7	217,6	196,0
Four graphite	Tube pyrolytique, avec plate-forme		
Correction de fond	Zeeman	Zeeman	Zeeman
Modificateur de matrice	Nitrate de palladium/nitrate de magnésium (4.6)		
Température de séchage en °C	90/130	90/130	90/130
Température du traitement préalable en °C	1 150	1 050	1 200
Température d'atomisation en °C	2 200	1 900	2 400
Température de décontamination en °C	2 500	2 500	2 500

NOTE Pour le dosage par SAAAE, l'application de systèmes de correction de fond au deutérium est limitée. Il peut y avoir un fond spectral structuré. Il est préférable d'appliquer une correction de fond par effet Zeeman pour corriger cette interférence. Pour augmenter le rapport du signal analyte – fond, il est recommandé d'utiliser un tube en graphite avec plate-forme pyrolytique conjointement avec du nitrate de palladium et du nitrate de magnésium comme modificateurs de matrice.

### 7.5.2 Mesurage des solutions d'essai et d'étalonnage par SAAAE

Veiller à ce que les solutions d'essai à blanc (6.3.2), les solutions d'étalonnage (7.2, 7.3 ou 7.4) et les solutions de prise d'essai (6.2.2) soient approximativement à la même température en les stockant pendant une durée suffisante dans la même pièce. Faire un instrument zéro et ajuster la ligne de base. Vérifier la stabilité du zéro et l'absence d'interférences spectrales au sein du système d'atomisation en lançant le programme thermique à vide. Recommencer cette opération pour s'assurer que la ligne de base est stable.

À l'aide d'un échantillonneur automatique (5.4), injecter un volume défini de solution de modificateur (4.6), de solution de mesurage et atomiser le blanc d'étalonnage (7.2, 7.3 ou 7.4), la solution d'étalonnage (7.2, 7.3 ou 7.4), la solution d'essai à blanc (6.3.2) et les solutions de prise d'essai (6.2.2) de façon à augmenter la réponse de l'instrument. Si la hauteur de pic ou l'aire de pic de la prise d'essai dépasse la valeur de la solution d'étalonnage la plus concentrée, une solution diluée de la solution de prise d'essai doit être utilisée.

Atomiser chaque solution au moins deux fois et, si la répétabilité est acceptable, calculer la moyenne des lectures. Contrôler l'instrument en vue de détecter d'éventuels effets-mémoire, notamment aux concentrations élevées en analyte, en lançant le programme thermique à blanc entre les dosages. Si nécessaire, réajuster à zéro la ligne de base.

Pour chaque type de sol analysé, il est obligatoire de réaliser le dosage dans la solution d'extrait correspondante au minimum une fois par la méthode des ajouts dosés. Si les résultats d'analyse obtenus par cette dernière méthode sont égaux à ceux obtenus par la méthode de la courbe d'étalonnage, la méthode par courbe d'étalonnage peut être mise en œuvre. En revanche, si les résultats d'analyse sont différents, il y a probablement des interférences avec la matrice et il faut utiliser la méthode par ajouts dosés pour chaque solution d'extrait de sol correspondante.

Une alternative consiste à utiliser les options contrôle de la matrice ou contrôle qualité par recouvrement d'ajouts.

L'étalonnage doit être établi à partir des solutions étalons d'arsenic, d'antimoine et de sélénium qui donnent des pics d'absorbance inférieurs à l'absorbance maximale spécifiée pour la longueur d'onde et l'élément considérés.