

S-II-2.2V1 – DOSAGE DES ÉLÉMENTS MÉTALLIQUES EN TRACE DANS LES EXTRAITS À L'EAU RÉGALE : MÉTHODE PAR SPECTROSCOPIE D'ÉMISSION ATOMIQUE AVEC PLASMA COUPLÉ PAR INDUCTION (ICP)

1. Objet

Description des éléments métalliques en traces dans des extraits à l'eau régale obtenus conformément à la méthode S-II-1, par spectrométrie d'émission atomique.

2. Domaine d'application

Méthode pour le dosage d'éléments extraits à l'eau régale par spectrométrie d'émission atomique. Les éléments concernés sont les suivants : aluminium, antimoine, argent, arsenic, baryum, béryllium, bismuth, bore, cadmium, calcium, chrome, cobalt, cuivre, étain, fer, lithium, magnésium, manganèse, molybdène, nickel, phosphore, plomb, potassium, sélénium, silicium, sodium, strontium, soufre, titane, tungstène, vanadium, zinc et zirconium.

3. Interférence

Plusieurs types d'interférences peuvent conduire à des inexactitudes dans le dosage des éléments à l'état de traces.

3.1. Interférences spectrales

- Recouvrement par la raie spectrale d'un autre élément, effets compensés en général en utilisant une correction informatique des données brutes.
- Recouvrement non résolu d'un spectre de bande moléculaire, effet surmonté en général en sélectionnant, si possible, une raie spectrale non perturbée. Lorsque cela n'est pas possible, ces effets peuvent être compensés par une correction informatique des données brutes.

3.2. Influences du bruit de fond

- Bruit de fond émis par des phénomènes continus ou de recombinaison.
- Bruit de fond de la lumière parasite provenant de l'émission de raies d'éléments en concentration élevée. Ces interférences peuvent être en général compensées par une correction du bruit de fond adjacente à la raie de l'analyte.

Les interférences physiques seront réduites en diluant l'échantillon et/ou en utilisant la technique des ajouts dosés.



4. Principe

L'échantillon préalablement extrait suivant la méthode S-II-1 est soumis à l'analyse. Cette méthode consiste à mesurer l'émission de lumière par une technique de spectroscopie optique. Les échantillons sont nébulisés et l'aérosol ainsi produit est transporté dans une torche à plasma où se produit l'excitation. Les spectres d'émission caractéristiques sont produits par un plasma à couplage inductif par haute fréquence (ICP). Les spectres sont dispersés par un spectromètre à réseau et l'intensité des raies est évaluée par un détecteur. Les signaux du (des) détecteur(s) sont traités et contrôlés par un système informatique. Lors du dosage des éléments à l'état de traces, une correction appropriée du bruit de fond est utilisée pour compenser les variations des contributions du bruit de fond. Les limites de détection réelles de travail dépendent du type d'instrumentation, du dispositif de détection et du système d'introduction des échantillons utilisés, ainsi que de la matrice de l'échantillon. Par conséquent, les limites de détection peuvent varier entre différents instruments.

5. Conditionnement et conservation de l'échantillon

On se référera aux procédures P-1 « Méthode concernant le flaconnage, le transport et la conservation des échantillons » et S-I-1 « Prétraitements des échantillons pour analyses physico-chimiques ».

6. Appareillages et matériels utilisés

- Spectromètre d'émission atomique avec plasma à couplage inductif comportant un spectromètre d'émission atomique contrôlé par ordinateur avec correction du bruit de fond, un générateur de hautes fréquences et une alimentation gazeuse en argon (de pureté suffisante, par exemple > 99.95 %).
- Flacons de conservation des solutions : 100 ml ou 250 ml de capacité, en matière plastique (Polyéthylène). Les récipients doivent être rincés préalablement avec de l'eau ultrapure.
- Verrerie de laboratoire : usage exclusivement réservé à la préparation des solutions. Toute la verrerie doit être nettoyée soigneusement avant utilisation en la rinçant avec de l'acide nitrique dilué (par ex. HNO₃ 10 %) puis plusieurs fois avec de l'eau ultrapure.

7. Réactifs utilisés

- 7.1.** Eau ultrapure (conductivité $\leq 0,1 \mu\text{S/cm}$)
- 7.2.** Acide chlorhydrique, 37 % de qualité pour analyse
- 7.3.** Acide nitrique, 65 % de qualité pour analyse
- 7.4.** Solutions mères multi-éléments ou mono-éléments : des solutions traçables sont disponibles dans le commerce. Toutes les données nécessaires sont fournies avec le certificat de traçabilité, telles que la concentration du ou des éléments présents, l'incertitude de la solution mère ainsi que la durée de conservation de la solution.
- 7.5.** Solutions de contrôle : différentes des solutions mères qui ont servi à l'étalonnage.



- 7.6.** Matériaux de référence "MRC" : solide matrice sol de préférence.
- 7.7.** Sable de quartz : un essai à blanc doit être effectué régulièrement afin de constater d'éventuelle contamination des échantillons durant le processus de prétraitement. En même temps que les échantillons, extraire du sable de quartz nettoyé selon le même mode opératoire.

Remarque : 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.

8. Préparation de l'échantillon

On se référera à la méthode S-I-1 relative au prétraitement des échantillons pour analyse physico-chimiques.

9. Mode opératoire

- Avant de commencer l'analyse, laisser l'appareil atteindre une certaine stabilité thermique (voir fiche technique de l'appareil).
- Lancer la configuration de fonctionnement appropriée de l'ordinateur.
- Régler et étalonner l'instrument à l'aide des solutions d'étalonnages (7.4). Rincer le système avec la solution de blanc réactif entre chaque étalon.
- Avant d'analyser les échantillons, analyser la solution de contrôle (7.5) comme s'il s'agissait d'un échantillon. La valeur doit se situer dans les limites de contrôle établies pour 2 écarts-types de valeur moyenne. Si ce n'est pas le cas, répéter l'analyse 2 fois et calculer la moyenne des 3 résultats. Si la moyenne n'est pas correcte, terminer l'analyse, remédier au problème et réétalonner l'instrument.
- Commencer l'analyse de l'échantillon en rinçant le système avec la solution de blanc réactif, puis entre chaque échantillon. Analyser la solution contrôle (7.5) tous les 10 échantillons.
- Essai à blanc : Procéder à l'analyse de l'essai à blanc obtenu à partir de l'extraction du sable de quartz (7.7).
- Analyse du MRC : Analyser le MRC (7.6) comme échantillon inconnu.

Remarques :

Utiliser le même lot d'acide pour toute la procédure d'analyse.

La concentration en acide doit être la même dans l'échantillon à analyser et dans les étalons, le blanc y compris. Attention aux échantillons qui doivent être dilués.



10. Calcul

Par référence à la courbe d'étalonnage (utilisation d'un algorithme), l'appareil détermine la concentration des différents éléments présents dans l'échantillon.

Soustraire les valeurs des blancs réactifs de tous les échantillons. Si des dilutions ont été effectuées, appliquer le facteur approprié aux valeurs de l'échantillon.

$$w(M) = \left(\frac{\rho_1 - \rho_0}{m} \right) * f * V$$

avec $w(M)$ est la teneur en élément de l'échantillon (mg/kg);
 ρ_1 est la concentration en élément M (mg/l), dans l'échantillon;
 ρ_0 est la concentration en élément M (mg/l), dans l'essai à blanc;
 m est la masse de l'échantillon (kg), corrigé de sa teneur en eau;
 V est le volume (l), de la prise d'essai adoptée pour l'analyse;
 f est le facteur de dilution de la solution d'essai diluée (si applicable).

11. Sécurité

Port obligatoire de gants, lunettes de sécurité et tablier de laboratoire lors de la manipulation d'acides et ce sous hotte.

Chaque composé chimique utilisé doit être traité comme présentant un danger potentiel pour la santé, il est donc recommandé de réduire au minimum les temps d'exposition à ces composés.

Les gaz d'échappement du plasma doivent être évacués par un système efficace d'extraction des gaz.

12. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence à la présente méthode de la Région wallonne;
- l'identification complète de l'échantillon;
- les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis;
- les résultats du dosage conformément au point 10;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.



13. Référence

NBN EN ISO 11885 : 2009 – Qualité des eaux – Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES).

ISO 22036 : 2008 – Qualité du sol – Dosage des éléments tracs dans des extraits de sol par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES).

ORIGINAL 2014

