

## **S-II-3V1 – DOSAGE DU MERCURE DANS LES EXTRAITS D'EAU RÉGALE**

### **1. Objet**

Description du dosage du mercure par spectrométrie d'absorption atomique de vapeur froide ou par spectrométrie de fluorescence atomique de vapeur froide dans un extrait à l'eau régale obtenue conformément à la méthode S-II-1.

### **2. Domaine d'application**

Méthode de dosage du mercure dans un échantillon extrait à l'eau régale, obtenu à l'aide de la méthode S-II-1 par spectrométrie d'absorption atomique ou par spectrométrie de fluorescence atomique.

### **3. Principe**

- Le mercure est réduit à l'état élémentaire par une solution de chlorure d'étain (II) et libéré de la solution dans un système fermé. On mesure son absorbance à une longueur d'onde de 253.7 nm. Le signal d'absorbance est fonction de la concentration en mercure.
- Le mercure est réduit par une solution de chlorure d'étain (II), la vapeur de mercure est injectée dans la cuve d'un spectromètre de fluorescence atomique où les atomes de mercure sont excités par radiation d'une longueur d'onde donnée. L'intensité de radiation de fluorescence est fonction de la concentration en mercure.

### **4. 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 ».

### **5. Appareillages et matériels utilisés**

- Verrerie courante de laboratoire : la verrerie doit être soigneusement rincée avec une solution aqueuse d'acide nitrique à 5 % et ensuite rincée à l'eau avant utilisation.
- Spectromètre d'absorption atomique (SAA) : équipé d'une lampe à cathode creuse au mercure ou d'une lampe à décharge sans électrode et d'un dispositif de correction de fond automatique.



- Spectromètre de fluorescence atomique (SFA) : équipé d'une lampe spécifique d'un filtre fixe de 254 nm et d'un tube photomultiplicateur pour la détection de la radiation de fluorescence.
- Générateur de vapeur froide, ou système d'analyse par injection en flux continu adapté au SAA ou au SFA. Un flux d'azote ou d'argon à débit contrôlé est utilisé comme gaz vecteur inerte pour transporter la vapeur de mercure dans la cuve.

## 6. Réactifs utilisés

- 6.1. Eau de conductivité  $< 0.01$  mS/m.
- 6.2. Acide nitrique concentré de qualité pour analyse (impuretés  $< 1$  ppb):  $\approx 14.5$  mol/l.
- 6.3. Acide nitrique diluée (1 + 4) : 250 ml d' $\text{HNO}_3$  concentré dans un jaugé de 1000 ml.
- 6.4. Acide chlorhydrique concentré de qualité pour analyse (impuretés  $< 1$  ppb)  $\approx 12$  mol/l.
- 6.5. Eau régale diluée (1 + 9) : dans un jaugé de 1000 ml, placer 500 ml d'eau, ajouter 21 ml d'HCl concentré et 7 ml d' $\text{HNO}_3$  concentré et compléter au trait avec de l'eau.
- 6.6. Solution de chlorure d'étain (II) ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) : placer 10 g de  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dans 30 ml d'HCl concentré. Transvaser le tout dans un jaugé de 100 ml et compléter avec de l'eau. Préparer cette solution le jour de son utilisation. Si nécessaire, la concentration à blanc du mercure peut être réduite en faisant passer un flux d'azote en fines bulles à travers la solution pendant 30 minutes. Cette concentration peut varier en fonction de l'appareil utilisé.
- 6.7. Argon ou azote : le gaz vecteur doit avoir une pureté de 99.99 %. L'argon est vivement recommandé pour la spectrométrie de fluorescence atomique, du fait d'une sensibilité supérieur à l'azote.
- 6.8. Solution mère de mercure 1000 mg/l (solution mère du commerce certifiée).
- 6.9. Matériaux de référence "MRC" : Il convient d'utiliser des matériaux de référence certifiés, afin de déterminer les quantités de mercure présentes dans les matériaux de référence utilisés en interne. Les résultats doivent être établis à l'aide de cartes de contrôle au sein du laboratoire. Aucun résultat se situant en dehors d'une limite convenue ne doit être accepté.

## 7. Préparation de l'échantillon

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

## 8. Mode opératoire

### 8.1. Solution pour essai

Transvaser 10 ml de la solution obtenue à partir de la méthode S-II-1 et la transvaser dans un jaugé de 100 ml en complétant avec de l'eau.



## 8.2. Solution pour essai à blanc

Suivre la méthode S-II-1v1 en utilisant du sable siliceux purifié au lieu de l'échantillon.

Transvaser 10 ml de cette solution et la transvaser dans un jaugé de 100 ml en complétant avec de l'eau.

## 8.3. Préparation des solutions d'étalonnage

Avant chaque série de dosages, préparer un blanc d'étalonnage.

A partir de la solution étalon mère de mercure de 1000 mg/l (6.8) préparer une solution étalon de mercure à 0.2 mg/l (en passant par des solutions de concentration intermédiaire), préparer à partir de la solution étalon de 0.2 mg/l au moins 5 solutions d'étalonnage couvrant la plage des concentrations à déterminer.

Le mode opératoire suivant peut, par exemple, être mis en œuvre :

V. de solution étalon Hg 0,2 mg/l (ml)	V jaugé (ml)	Concentration en Hg (µg/l)	Compléter à l'eau régale diluée
0	100	0	oui
1	100	2	oui
2	100	4	oui
3	100	6	oui
4	100	8	oui
5	100	10	oui

## 8.4. Étalonnage

Régler le SAA ou le SFA et le générateur de vapeur froide selon les instructions du fabricant.

## 8.5. Mesurage de la prise d'essai

Si la concentration en mercure de la solution d'essai dépasse la valeur maximale de la courbe d'étalonnage, cette solution doit être diluée avec la solution d'eau régale diluée.

La méthode des ajouts dosés peut être utilisée afin de vérifier les résultats.

## 8.6. Établissement de la courbe d'étalonnage

Courbe ayant en abscisse les concentrations en mercure des solutions d'étalonnage, dont on a soustrait la lecture du blanc d'étalonnage, et les valeurs correspondantes du signal en ordonnée.

La courbe doit être linéaire lors de l'utilisation d'un spectromètre de fluorescence atomique.



## 9. Calcul

En se reportant à la courbe d'étalonnage obtenue, déterminer la concentration en élément correspondant au signal de la solution pour essai et de la solution pour essai à blanc.

Calculer la teneur en mercure  $w(\text{Hg})$  de l'échantillon, exprimée en mg/kg de matière sèche selon l'équation suivante :

$$w(\text{Hg}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) * f * V * C}{m * 1000}$$

- où
- $w(\text{Hg})$  est la fraction massique de mercure dans l'échantillon, en milligramme par kilogramme de matière sèche;
  - $\rho_1$  est la concentration en mercure, en microgramme par litre, correspondant au signal de la solution pour essai;
  - $\rho_0$  est la concentration en mercure, en microgramme par litre, correspondant au signal de la solution pour essai à blanc;
  - $f = 10$  est le facteur de dilution de la solution pour essai. La dilution dépend de la plage de travail de l'appareillage;
  - $V$  est le volume final, en litres, prélevé pour l'analyse;
  - $m$  est la masse de l'échantillon pour essai, en kilogrammes, prétraité suivant la S-II-1;
  - $C$  est le facteur de correction pour l'échantillon de sol sec,  $C = 100/Wd$ , où  $Wd$  est la teneur en matière sèche pondérale du sol, exprimée en pourcentage.

### Expression des résultats

Consigner les résultats à trois chiffres significatifs au maximum, en fonction de la fraction massique obtenue et des données de validation de la méthode.

## 10. Sécurité

- Le mercure est extrêmement toxique, mesures de sécurité à prendre lors de la manipulation du mercure et des solutions de mercure (port obligatoire de gants, lunettes de sécurité et tablier de laboratoire).
- 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.



## 11. 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 9.
- Les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

## 12. Référence

ISO 16772 : 2004 – Qualité des sols – Dosage du mercure dans les extraits de sol à l'eau régale par spectrométrie d'absorption atomique de vapeur froide ou par spectrométrie de fluorescence atomique de vapeur froide.

ORIGINAL 2014