

Méthode	Version	Date d'entrée en vigueur
E-II-1.1	2	20/01/2022
Dosage des éléments métalliques en trace dans les eaux - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique en four graphite		

Descriptif		
Paramètre	Métaux dissous, particuliers et totaux (voir §1)	
Référence normative	NBN EN ISO 15586	2003

Domaine d'application	
Matrice	Eaux de surface Eaux souterraines Eaux potables Eaux usées Lixiviats

Critères de performance		
Limite de quantification (LQ)		
Incertitude (relative) de la mesure		
Gamme de travail		

- (a) source norme de référence
 (b) source laboratoire ISSeP : incertitude élargie par combinaison de la reproductibilité intralaboratoire et du biais de la méthode selon la norme ISO 11352:2012
 (c) source laboratoire ISSeP : Validation de la méthode



1. Objet

La présente procédure spécifie une méthode permettant de déterminer les très faibles teneurs en éléments argent (Ag), aluminium (Al), arsenic (As), Cadmium (Cd), cobalt (Co), chrome (Cr), cuivre (Cu), fer (Fe), manganèse (Mn), molybdène (Mo), nickel (Ni), plomb (Pb), antimoine (Sb), sélénium (Se), thallium (Tl), vanadium (V) et zinc (Zn) présents à l'état de traces dans les eaux de surface, eaux souterraines, eaux potables et eaux usées (y compris les lixiviats) par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique en four graphite. Cette méthode est applicable au dosage des éléments en faible concentration.

Pour ce qui est du domaine d'application « sédiments », se référer à la procédure S-II-2.1.

2. Procédure

L'ensemble des prescriptions de la norme de référence internationale NBN EN ISO 15586 :2003 sont d'application, à l'exception des prescriptions spécifiques à la Région wallonne. Ces prescriptions spécifiques s'écartent ou limitent le choix de celles de la norme de référence internationale. Elles sont reprises, en gras, dans le tableau ci-dessous au sein de la colonne « Prescriptions CWEA ». Les prescriptions y relatives qui sont reprises dans la norme de référence sont listées, pour information au sein de la colonne « Prescription norme de référence ».

<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>
Prélèvement et prétraitement des échantillons	
(§7 de la norme de référence)	Les étapes de prétraitement et de conservation des échantillons dépendent du type de métaux (dissous, particuliers ou totaux) recherchés.
(§7 de la norme de référence)	<p>STABILISATION POUR LE DOSAGE DES METAUX DISSOUS</p> <p>Filtrer l'échantillon au travers d'une membrane filtrante de 0.45 µm, le plus rapidement possible après le prélèvement, idéalement sur terrain et au plus tard au laboratoire dès la réception de l'échantillon. Ces échantillons doivent être incolore et avoir une turbidité < 1.5 NTU. Le filtrat est acidifié avec de l'acide nitrique 65 % afin que le pH de l'échantillon soit ≤ 2.</p>
(§7 de la norme de référence)	<p>STABILISATION POUR LE DOSAGE DES METAUX PARTICULAIRES</p> <p>Filtrer un volume mesuré d'échantillon non traité au travers d'une membrane filtrante de 0.45 µm, le plus rapidement possible après le prélèvement, idéalement sur terrain et au plus tard au laboratoire dès la réception de l'échantillon.</p> <p>La membrane et le résidu sont traités avec 4 ml d'acide nitrique 65 % et 4 ml de peroxyde d'hydrogène dans un récipient de digestion relié à un condenseur à reflux. L'opération est répétée jusqu'à obtention d'un minéralisat clair et d'une turbidité < 1.5 NTU. L'échantillon est ensuite évaporé à 2 ml et refroidi. 10 ml d'acide chlorhydrique 0.2 M et 15 ml d'eau ultrapure sont ajoutés par 100 ml d'échantillon prélevé. Chauffer jusqu'à dissolution de tout matériau résiduel. Après refroidissement, l'échantillon est filtré.</p>



<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>
<p>(§7 de la norme de référence)</p>	<p>STABILISATION POUR LE DOSAGE DES METAUX TOTAUX</p> <p>L'échantillon est acidifié, le plus rapidement possible après le prélèvement, idéalement sur terrain et au plus tard au laboratoire dès la réception de l'échantillon, par de l'acide nitrique 65 % jusqu'à obtention d'un pH ≤2.</p> <p>Ne pas filtrer l'échantillon avant son traitement.</p> <p>L'étape de digestion peut être omise pour l'analyse directe des éléments totaux récupérables dans des échantillons d'eau d'alimentation ayant une turbidité < 1.5 NTU.</p>
<p>(§7 de la norme de référence)</p>	<p>L'étape de digestion s'effectue à pression atmosphérique ou dans un système fermé avec chauffage aux micro-ondes.</p> <p>Pour la digestion à l'acide nitrique se référer à la norme ISO 15587-2</p> <p>Pour la digestion à l'eau régale se référer à la norme ISO 15587-1</p> <p>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.</p> <p>Cependant, l'antimoine est à doser, la digestion à l'eau régale qui est recommandée.</p>
<p>(§7 de la norme de référence)</p>	<p>Les échantillons se conservent stabilisés au maximum pendant un mois.</p>
Etalonnage	
<p>(§10 de la norme de référence) Effectuer l'étalonnage avec un blanc d'étalonnage et trois à cinq solutions d'étalonnage équidistantes pour une gamme de concentration appropriée. Il convient de souligner que la linéarité de la courbe d'étalonnage est souvent limitée.</p>	<p>Utiliser cinq standards minimum par étalonnage répartis uniformément dans la gamme de mesure et conformément aux instructions du manuel de l'appareil</p>

<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>
(§10 de la norme de référence)	Vérification de l'étalonnage avec des solutions de contrôle : passer le contrôle avant le premier échantillon et ensuite après un groupe d'analyses. Les résultats seront validés si le contrôle de début et de fin de série rencontre les critères fixés. Sinon, identifier le problème, y remédier et recommencer l'étalonnage.
(§10 de la norme de référence)	La concentration en acide doit être similaire dans l'échantillon à analyser et dans les étalons, le blanc y compris ; Attention pour l'échantillon qui doit être dilué.

3. Informations de révision

Les principales modifications apportées à cette procédure par rapport à la version précédente sont : /