

Procédures D'operations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre:		
Dosage du l'Aluminium(Al)		
Normes internationales:		
ISO : 12020 : 1984 Qualité de l'eau		
(Dosage de l'aluminium : Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique)		
Objectifs:	Réalisée par :	
Analyse de L'eau	M. HOUAS Omar	
Date de préparation	Responsable par :	
Juillet 2006	M. HOUAS Omar 	
Date d'Approuvé	Approuvé par:	
octobre 2011	M. MOALI Mohamed 	
1. Elément Cible:		
Détermination de l'aluminium dans les eaux environnementales et industriels		
1.1 Domaine d'application:		
La présente norme internationale décrit une méthode de détermination de l'aluminium dans l'eau à des concentrations de 5mg/l à 100mg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme d'oxyde d'azote / acétylène,		
1.2 Principe:		
Lorsque un échantillon acidifié est aspiré dans une flamme acétylène/N ₂ O d'un spectromètre d'absorption atomique, un faisceau lumineux d'une longueur d'onde donnée, traverse la solution, une fraction de la lumière incidente est absorbée en fonction de la concentration du composé à déterminer		
2. Précautions de sécurité:		
Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisé pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments.		
Le port de lunettes et de masques doit être envisagé pour éviter toutes contact par projection de produits corrosifs toxiques, irritants, ou infectieux.		
Les réactifs dangereux doivent être manipulés avec précaution.		
Il est indispensable d'appliquer en permanence les mesures appropriées, Afin d'éviter d'éventuels accidents.		
Il est important de manipuler tous les réactifs comme des produits potentiellement dangereux, et de respecter les procédures préventives.		
3.Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs		
3.1 Appareillage		
(1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700		
<i>Modified: 2011/10/20</i>	<i>SOP No.LRC/AL/1.01</i>	<i>82/177</i>

Equipé de lampes à cathode creuse d'Aluminium, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique et d'un ensemble «nébuliseur brûleur de 50mm» à flamme de protoxyde d'azote /acétylène.

(2) Digesteur à micro onde speed micro wave Berghof

(3) Bain du sable Gerhard

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux. (Voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériel :

(1) Fioles jaugées : de capacité, (100 +/- 0,1ml), (1000 +/- 0,4ml).

(2) Pipettes à un trait : de capacité 1ml, 2ml, 5ml, (10ml+/- 0,02ml), 20ml, 25ml, 50ml

(3) Micropipettes (0,1 – 1,0 ml) RSD = 0,28%

(4) Bêchers : de capacité 250ml.

(5) Erlen mayer de capacité 250 à 300ml

(6) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0.45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau

(7) Papier filtre standard FIORONI 100mm

(8) Eprouvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Peroxyde d'hydrogène	Panreac	H ₂ O ₂	30%	7722-84-1
Chlorure de césium	ucb	CsCl		7647-17-8
Standard d'aluminium	Perkin elmer	Al	1000µg/ml	7429-90-5

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

(1) Acide nitrique, C (HNO₃) = 1,5mol/l

Ajouter 100ml d'acide nitrique concentré à 600ml d'eau et diluer à 1000ml.

(2) Acide nitrique, C (HNO₃) = 0,03mol/l

Ajouter 1ml d'acide nitrique concentré à 400ml d'eau et diluer à 500ml avec de l'eau.

(3) Solution de chlorure de césium, CsCl solution de p= 20g/l

Dissoudre 25,3g de CsCl dans 100 ml de HCl (1,18gr/ml) et compléter jusqu'à 1000 ml avec de l'eau

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère de l'Aluminium 1,0g/l : solution étalon certifier perkin Elmer,

fourni par HTDS. La solution reste stable pendant 1an, si elle est conservée dans des conditions appropriées.

4.2.2 Solution étalon fille de Aluminium 100mg/l:

Pipeter 10ml de la solution étalon mère de l'aluminium dans une fiole de 100ml, ajouter 10ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée.

La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans des

Flacons en polyéthylène à température ambiante.

4.2.3 Solutions d'étalonnages de l'Aluminium :

Préparer au mois cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en aluminium attendues. Par exemple, procéder de la façon suivante pour la gamme de travail de 5 mg/l à 50mg/l. A l'aide d'une pipette, transférer dans des fioles jaugées de 100ml respectivement, 5 ml, 10 ml, 20 ml, 30 ml et 50 ml de la solution étalon fille de l'aluminium de 100mg/l.

Ajouter 2 ml de solution de chlorure de césium (3); et Ajouter 0.5ml d'acide nitrique à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 5mg/l, 10mg/l, 20mg/l, 30mg/l, et 50mg/l de l'aluminium.

4.2.4 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, 0,5ml d'acide nitrique, et compléter au volume avec de l'eau distillée. Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillis dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

Prétraitement et préparation des solutions d'échantillons:

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage sur une membrane de diamètre de pore 0,45µm ; pour stabiliser le filtrat.

Ajouter par exemple 10 ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2, si nécessaire rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

a. Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1ml d'acide nitrique par litre d'échantillon, si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.

b. Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.

c. Introduire 100ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250ml ; en ajoutant 2 à 5ml d'acide nitrique et 1 à 2ml de peroxyde d'hydrogène.

d. Chauffer le bécher sur une plaque chauffante ou le bain du sable afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5ml.

e. Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec

- f. En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau, rajouter du peroxyde d'hydrogène avec précaution.
- g. Dissoudre le résidu dans 1ml d'acide nitrique et un peu d'eau
- h. Transférer dans une fiole jaugée de 100ml après filtration sur le papier filtre standard (FIORONI 100mm) et compléter au volume avec de l'eau.

4.3.3 Essai à blanc :

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (Témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnages et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

4.3.4 Préparation de la solution de mesure

- a) placé 20 ml de l'échantillon d'eau, prétraitée comme décrit dans 4.3.1 ou 4.3.2, dans une fiole de 25 ml. Ajouter 2ml de solution de chlorure de césium (3), bien mélanger et porter au volume avec de l'eau distillée.
- b) Traiter la solution à blanc (Témoin) et des solutions d'étalonnage exactement de la même manière.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant :

- 1) Optimiser les conditions de la flamme.
- 2) Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil (pour plus de détail voir en pratique).
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.
- 4) Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro après la mesure de chaque solution d'étalonnage.
- 5) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les Témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 6) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.
- 7) Lorsque la quantité de l'Aluminium de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

- Etablir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.
- Calculer la concentration en masse $\rho(A)$ de l'aluminium, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A_1 - A_0) * V_1}{B * V_2}$$

Où

A_0 : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;

A_1 : est l'absorbance de la solution de mesure ;
 B : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme,
 V_1 : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;
 V_2 : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 1 mg/l la plus proche.

Exemples: Aluminium (Al): 7,00 mg/l
 Aluminium (Al): 41,0 mg/l

6. Conditions opératoires d'analyse :

Longueur d'onde : 309,3 nm
 Type de la flamme : N_2O / C_2H_2
 Largeur de la fente : 0,7 nm
 Débit du gaz : N_2O 16 L/min C_2H_2 6,6L/min
 Pureté du gaz : 99,99
 Intensité du courant de la lampe H.C.L : Max 30, OPERATE 25
 Bruit de fond : AA

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable ;

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette.

9. Limite de détection du paramètre :

Elément	Aluminium (Al)	Observation
Gamme de mesure (mg/L)	5 à 100	ISO 12020 :1997
	5 à 50	Réalisé au laboratoire LRC
Limite de détection (mg/L)	0,1	
Limite de détermination (mg/L)	0,2	
Nombre de témoin utilisé	04	

10. Référence

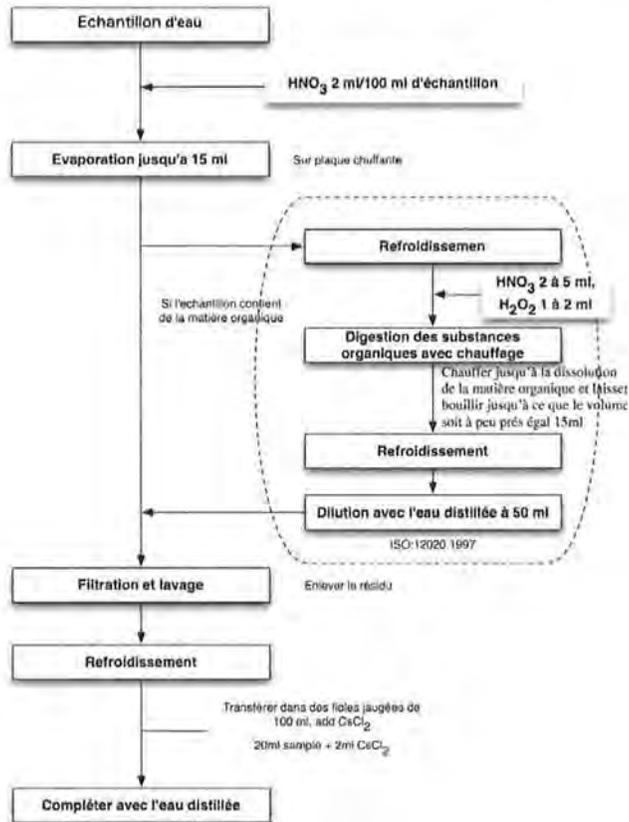
ISO : 12020 ; 1984 Qualité de l'eau

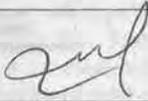
NA 6923

Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry Perkin Elmer

11. Enregistrement et les Révisions des Modes Opératoires Normalisés

Octobre, 2010: première révision faite par M. HOUAS Omar.

12. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire

Procédures D'opérations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre:		
Dosage du Cadmium (Cd)		
Normes internationales:		
ISO : 8288 ; 1986 Qualité de l'eau		
(Dosage du cobalt, nickel, cuivre, zinc, cadmium et plomb -- Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme)		
Objectifs:	Réalisé par	
Analyse de L'eau	M. HOUAS Omar	
Date de préparation	Responsable par	
Juillet 2006	M. HOUAS Omar	
Date d'Approuvé	Approuvé par:	
octobre 2011	M. MOALI Mohamed	
1. Élément Cible: détermination du Cadmium dans les eaux environnementales et industriels		
1.1 Domaine d'application:		
La présente norme internationale décrit une méthode de détermination du Cadmium dans les eaux et des eaux usées pour des concentrations de 0,02mg/l à 2,0mg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme d'air / acétylène,		
1.2 Principe:		
Lorsque un échantillon acidifié est aspiré dans une flamme air /acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique, un faisceau lumineux d'une longueur d'onde donnée, traverse la solution, une fraction de la lumière incidente est absorbée en fonction de la concentration du composé à déterminer		
2. Précaution de sécurité:		
Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisés pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments.		
Le port de lunettes et de masques doit être envisagé pour éviter toutes contact par projection de produits corrosifs toxiques, irritants, ou infectieux.		
Les réactifs dangereux doivent être manipulés avec précaution.		
Il est indispensable d'appliquer en permanence les mesures appropriées, Afin d'éviter d'éventuels accidents.		
Il est important de manipuler tous les réactifs comme des produits potentiellement dangereux, et de respecter les procédures préventives.		
3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs		
3.1 Appareillage		
(1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700		
<i>Modified: 2011/10/20</i>	<i>SOP No. LRC/CD/1.01</i>	<i>88/177</i>

Equipé de lampes à cathode creuse de Cadmium, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique et d'un ensemble «nébuliseur brûleur de 100mm» à flamme d'air /acétylène.

(2) Digesteur à micro onde speed micro wave Berghof

(3) Bain du sable Gerhard

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux (voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériel :

(1) Fioles jaugées : de capacité, (100 +/- 0,1ml), (1000 +/- 0,4ml).

(2) Pipettes à un trait : de capacité 2ml, (10ml+/- 0,02ml)

(3) Micropipettes (0,1 – 1,0 ml) RSD = 0,28%

(4) Micropipettes (1,0 – 5,0 ml)

(4) Bêchers : de capacité 250ml.

(5) Erlen mayer de capacité 250 à 300ml

(6) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0,45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau

(7) Papier filtre standard FIORONI 100mm

(8) Eprouvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Peroxyde d'hydrogène	Panreac	H ₂ O ₂	30%	7722-84-1
Standard de Cadmium	Perkin elmer	Cd	1000µg/ml	7440-43-9

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

(1) Acide nitrique, C (HNO₃) = 1,5mol/l

Ajouter 100ml d'acide nitrique concentré à 600ml d'eau et diluer à 1000ml.

(2) Acide nitrique, C (HNO₃) = 0,03mol/l

Ajouter 1ml d'acide nitrique concentré à 400ml d'eau et diluer à 500ml avec de l'eau.

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère du Cadmium 1,0g/l :

solution étalon certifier perkin Elmer, fourni par HTDS, La solution reste stable pendant 1an, si elle est conservée dans des conditions appropriées.

4.2.2 Solution étalon de Cadmium 10mg/l:

Pipeter 10ml de la solution étalon mère de cadmium. Dans une fiole de 1000ml, ajouter 10ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée. La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans des flacons en polyéthylène à température ambiante.

4.2.3 Solution d'étalonnage de Cadmium:

Préparer au mois cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en cadmium attendues. Par exemple procéder de façon suivante pour la gamme de travail de 0,05mg/l à 1,0mg/l

A l'aide d'une pipette transférer dans des fioles jaugées de 100ml respectivement, 0,5ml, 2,0ml, 4,0ml, 6,0ml, 8,0ml, et 10,0ml de la solution étalon de cadmium de 10mg/l.

Ajouter 1ml d'acide nitrique à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0,05mg/l, 0,2mg/l, 0,4mg/l, 0,6mg/l, 0,8mg/l, et 1,0mg/l de cadmium.

4.2.4 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100ml, 1.0ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée.

Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillis dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage sur une membrane de diamètre de pore 0,45µm. pour stabiliser le filtrat, ajouter par exemple 10ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2, si nécessaire, rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

- a. Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1ml d'acide nitrique par litre d'échantillon, si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.
- b. Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.
- c. Introduire 100ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250ml. Ajouter 2 à 5ml d'acide nitrique et 1 à 2ml de peroxyde d'hydrogène.
- d. Chauffer le bécher sur une plaque chauffante afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5ml.
- e. Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec
- f. En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau, rajouter du peroxyde d'hydrogène avec précaution.
- g. Dissoudre le résidu dans 1ml d'acide nitrique et un peu d'eau
- h. Transférer dans une fiole jaugée de 100ml après filtration sur le papier filtre standard (FIORONI 100mm) et compléter au volume avec de l'eau.

4.3.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnages et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant :

- 1) Optimiser les conditions de flamme
- 2) Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil (pour plus de détail voir en pratique).
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.
- 4) Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro après la mesure de chaque solution d'étalonnage.
- 5) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les Témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 6) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.
- 7) Lorsque la quantité de Cadmium de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

Etablir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.

Calculer la concentration en masse $\rho(\text{Cd})$ de Cadmium, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A_1 - A_0) * V_1}{B * V_2}$$

Où

- A_0 : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;
- A_1 : est l'absorbance de la solution de mesure ;
- B : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme,
- V_1 : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;
- V_2 : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0,01 mg/l la plus proche.

Exemples: Cadmium (Cd): 0,07 mg/l
 Cadmium (Cd): 0,41 mg/l
 Cadmium (Cd): 1,40 mg/l

6. Conditions opératoires d'analyse :

Longueur d'onde : 228,8 nm
 Type de la flamme : Air / C₂H₂
 Largeur de la fente : 0,7 nm
 Débit de gaz : Air 17 L/min C₂H₂ 2L/min
 Pureté du gaz : 99,99
 Intensité du courant de la lampe H.C.L : Max 8, OPERATE 4
 Bruit de fond : AA /BG

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable ;

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette.

9. Gamme de détection du paramètre :

Élément	Cadmium (Cd)	Observation
Gamme de mesure (mg/L)	0,02 à 2,0	ISO 8288 ; 1986
	0,05 à 1,0	ISO 5961 ; 1996
	0,20 à 2,0	Réalisé au laboratoire
Limite de détection (mg/L)	0,01	LRC
Limite de détermination (mg/L)	0,03	
Nombre de témoin utilisé	04	

10. Référence

ISO 8288 ; 1986

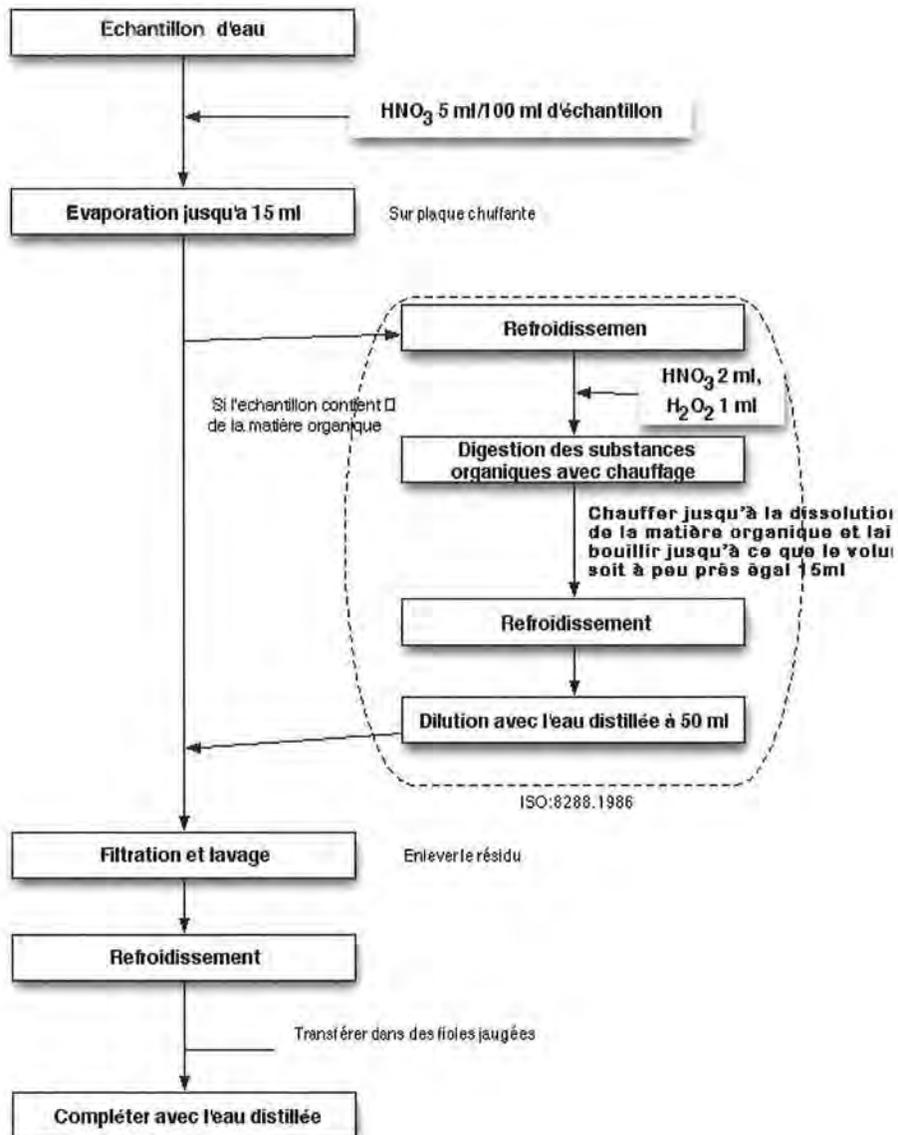
ISO 5961 ; 1996

Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry Perkin Elmer

11. Enregistrement et les Révisions des Modes

Opérateurs Normalisés

Octobre 1, 2010: la première révision faite par Mr HOUAS Omar.

12. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire :

Procédures D'operations Standards		ONEDD-LRC
		Laboratoire Régional de l'environnement
Titre:		
Dosage du Cobalt (Co)		
Normes internationales:		
ISO : 8288 ; 1986 Qualité de l'eau		
(Dosage du cobalt, nickel, cuivre, zinc, cadmium et plomb -- Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme)		
Les objectifs:	Réalisé par :	
Analyse de l'eau	M. HOUAS Omar	
Date de préparation	Responsable par :	
Juillet 2006	M. HOUAS Omar	
Date d'Approuvé	Approuvé par:	
octobre 2011	M. MOALI Mohamed	
1. Élément Cible: Détermination du Cobalt dans les eaux environnementales et industriels		
1.1 Domaine d'application:		
La présente norme internationale décrit une méthode de détermination du Cobalt dans les eaux et des eaux usées pour des concentrations de 0,10mg/l à 10,0mg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme d'air / acétylène,		
1.2 Principe:		
Lorsque un échantillon acidifié est aspiré dans une flamme air /acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique, un faisceau lumineux d'une longueur d'onde donnée, traverse la solution, une fraction de la lumière incidente est absorbée en fonction de la concentration du composé à déterminer		
2. Précautions de sécurité:		
Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisées pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments.		
Le port de lunettes et de masques doit être envisagé pour éviter tout contact par projection de produits corrosifs toxiques, irritants, ou infectieux.		
Les réactifs dangereux doivent être manipulés avec précaution.		
Il est indispensable d'appliquer en permanence les mesures appropriées, Afin d'éviter d'éventuels accidents.		
Il est important de manipuler tous les réactifs comme des produits potentiellement dangereux, et de respecter les procédures préventives.		
3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs		
3.1 Appareillage		
(1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700		
<i>Modified: 2011/10/20</i>	<i>SOP No.LRC/CO/1.01</i>	<i>94/177</i>

Equipé de lampe à cathode creuse de Cobalt, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique et d'un ensemble «nébuliseur brûleur de 100mm» à flamme d'air /acétylène.

(2) Digesteur à micro onde speed micro wave Berghof

(3) Bain du sable Gerhard

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux (Voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériels :

(1) Fioles jaugées : de capacité, (100 +/- 0,1ml), (1000 +/- 0,4ml).

(2) Pipettes à un trait : de capacité 2ml, (10ml +/- 0,02ml)

(3) Micropipettes (0,1 – 1,0 ml) RSD = 0,28%

(4) Micropipettes (1,0 – 5,0 ml)

(4) Bêchers : de capacité 250ml.

(5) Erlen mayer de capacité 250 à 300ml

(6) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0,45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau

(7) Papier filtre standard FIORONI 100mm

(8) Eprouvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Peroxyde d'hydrogène	Panreac	H ₂ O ₂	30%	7722-84-1
Standard de Cobalt	Perkin elmer	Co	1000µg/L	7440-48-4

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

(1) Acide nitrique, C (HNO₃) = 1,5mol/l

Ajouter 100ml d'acide nitrique concentré à 600ml d'eau et diluer à 1000ml.

(2) Acide nitrique, C (HNO₃) = 0,03mol/l

Ajouter 1ml d'acide nitrique concentré à 400ml d'eau et diluer à 500ml avec de l'eau.

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère du Cobalt 1,0g/l : solution étalon certifier perkin Elmer,

fourni par HTDS, La solution reste stable pendant 1 an, si elle est conservée dans des

Conditions appropriées.

4.2.2 Solution étalon fille de Cobalt à 100mg/l:

Pipeter 10ml de la solution étalon mère de cobalt dans une fiole de 100ml, ajouter 10ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée. La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans des flacons en polyéthylène à température ambiante.

4.2.3 Solution d'étalonnage de Cobalt:

Préparer au mois cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en Cobalt attendues. Par exemple procéder de façon suivante pour la gamme de travail de 0.2mg/l à 3.0mg/l ,A l'aide d'une pipette transférer dans des fioles jaugées de 100ml respectivement, 0,2ml, 0,5ml, 1,0ml, 2,0ml, et 3,0ml de la solution étalon de Cobalt de 100mg/l.

Ajouter 0,5ml d'acide nitrique à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0.2mg/l, 0.5mg/l, 1.0mg/l, 2.0mg/l, et 3.0mg/l de Cobalt.

4.2.4 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100ml, 0,5ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée.

Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillis dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage sur une membrane de diamètre de pore 0.45µm. pour stabiliser le filtrat, ajouter par exemple 10ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2, si nécessaire, rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

- a. Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1ml d'acide nitrique par litre d'échantillon, si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.
- b. Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.
- c. Introduire 100ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250ml, Ajouter 2 à 5ml d'acide nitrique et 1 à 2ml de peroxyde d'hydrogène.
- d. Chauffer le bécher sur une plaque chauffante ou dans un bain du sable afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5ml.
- e. Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec
- f. En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau rajouter du peroxyde d'hydrogène avec précaution.

- g. Dissoudre le résidu dans 1ml d'acide nitrique et un peu d'eau
 h. Transférer dans une fiole jaugée de 100ml après filtration sur le papier filtre standard (FIORONI 100mm) et compléter au volume avec de l'eau.

I. (Essai à blanc)

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnages et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant :

- 1) Optimiser les conditions de la flamme
- 2) Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil (pour plus de détail voir en pratique).
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.
- 4) Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro après la mesure de chaque solution d'étalonnage.
- 5) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les Témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 6) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.
- 7) Lorsque la quantité de Cobalt de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

Etablir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.

Calculer la concentration en masse $\rho(\text{Co})$ de Cobalt, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A_1 - A_0) * V_1}{B * V_2}$$

Où

- A_0 : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;
 A_1 : est l'absorbance de la solution de mesure ;
 B : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme,
 V_1 : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;
 V_2 : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0,01 mg/l la plus proche.

Exemples : Cobalt (Co) : 0,07 mg/l
Cobalt (Co) : 0,41 mg/l
Cobalt (Co) : 1,40 mg/l

6. Conditions opératoires d'analyse par AAS :

Longueur d'onde : 240,8 nm

Type de la flamme : Air / C₂H₂

Largeur de la fente : 0,2 nm

Débit de gaz : Air 17 L/min C₂H₂ 2L/min

Pureté du gaz : 99,99

Intensité du courant de la lampe H.C.L : Max 40, OPERATE 30

Bruit de fond : AA + BG

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette.

9. Gamme de détection du paramètre :

Elément	Cobalt (Co)	Observation
Gamme de mesure (mg/L)	0,1 à 10,0	ISO 8288 ; 1986
	0,2 à 3,0	Réalisé au Laboratoire LRC
Limite de détection (mg/L)	0,1	
Limite de détermination (mg/L)	0,2	
Nombre de témoin utilisé	04	

Modified: 2011/10/20

SOP No.LRC/CO/1.01

98/177

10. Référence

ISO 8288; 1986

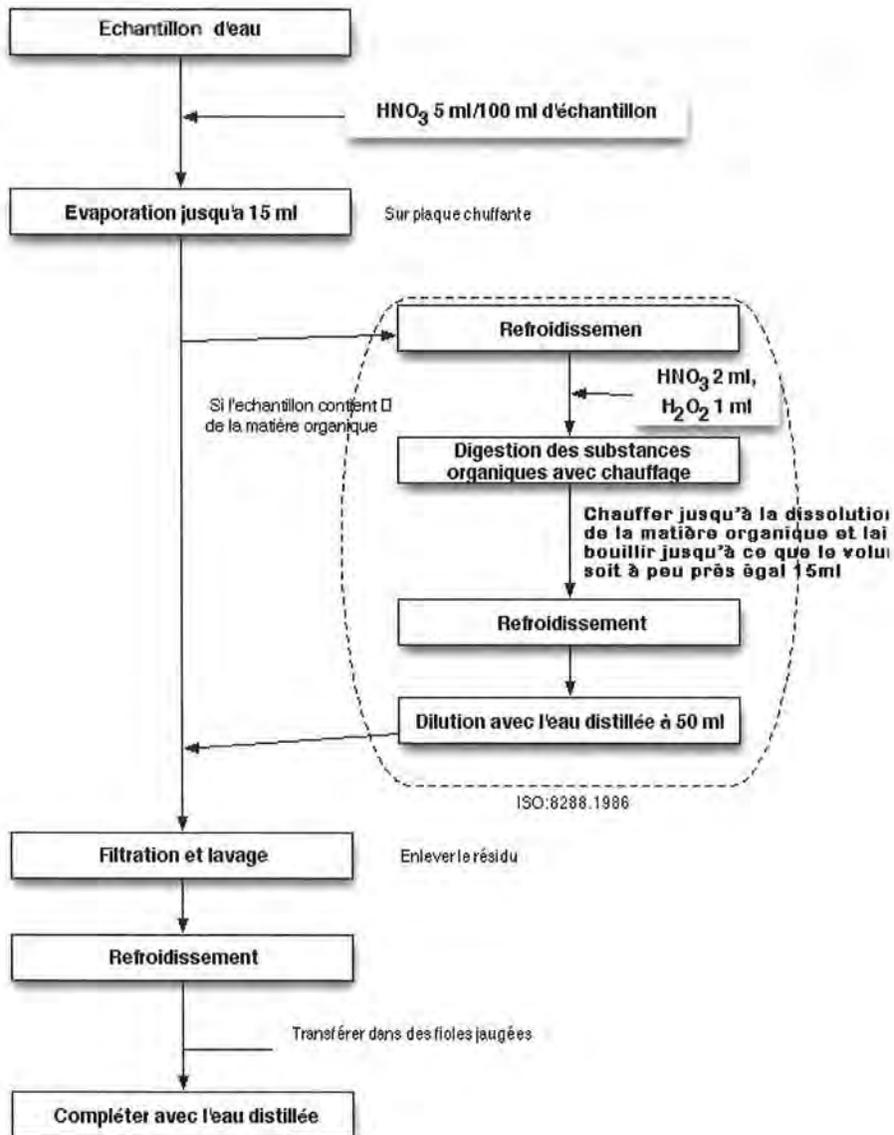
Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry Perkin Elmer

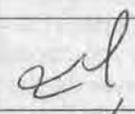
11. Enregistrement et les Révisions des Modes Opératoires Normalisés

October 1, 2010: First Revision was made by M.

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/CO/1.01**99/177*

12. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire :



Procédures D'operations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre:		
Dosage du Chrome(Cr)		
Normes internationales: ISO : 9174 ; 1998 Qualité de l'eau (Dosage du chrome : Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique)		
Les objectifs: Analyse de l'eau	Réalisée par: M. HOUAS Omar	
Date de préparation Juillet 2006	Responsable par : M. HOUAS Omar 	
Date d'Approuvé octobre 2011	Approuvé par: M. MOALI Mohamed 	
1. Élément Cible: Détermination du Chrome dans les eaux environnementales et industriels		
1.1 Domaine d'application:		
La présente norme internationale décrit une méthode de détermination du Chrome dans les eaux et des eaux usées pour des concentrations comprise entre 0,50mg/l et 20,0mg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme riche air/acétylène ou dans une Flamme N2O/acétylène		
1.2 Principe:		
Lorsque un échantillon acidifié est aspiré dans une flamme air /acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique, un faisceau lumineux d'une longueur d'onde donnée, traverse la solution, une fraction de la lumière incidente est absorbée en fonction de la concentration du composé à déterminer .		
2. Précautions de sécurité:		
Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisé pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments.		
Le port de lunettes et de masques doit être envisagé pour éviter toutes contact par projection de produits corrosifs toxiques, irritants, ou infectieux.		
Les réactifs dangereux doivent être manipulés avec précaution.		
Il est indispensable d'appliquer en permanence les mesures appropriées, Afin d'éviter d'éventuels accidents.		
Il est important de manipuler tous les réactifs comme des produits potentiellement dangereux, et de respecter les procédures préventives.		
3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs		
3.1 Appareillage		
(1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700		
<i>Modified: 2011/10/20</i>	<i>SOP No.LRC/CR/1.01</i>	<i>101/177</i>

Equipé de lampe à cathode creuse du Chrome, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique et d'un ensemble «nébuliseur brûleur de 100mm» à flamme d'air /acétylène.

(2) Digesteur à micro onde speed micro wave Berghof

(3) Bain du sable Gerhard

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux (Voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériel :

(1) Fioles jaugées : de capacité, (100 +/- 0,1ml), (1000 +/- 0,4ml).

(2) Pipettes à un trait : de capacité 2ml, (10ml+/- 0,02ml)

(3) Micropipettes (0,1 – 1,0 ml) RSD = 0,28%

(4) Micropipettes (1,0 – 5,0 ml)

(4) Bêchers : de capacité 250ml.

(5) Erlen mayer de capacité 250 à 300ml

(6) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0.45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau

(7) Papier filtre standard FIORONI 100mm

(8) Epruvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Peroxyde d'hydrogène	Panreac	H ₂ O ₂	30%	7722-84-1
Oxyde de Lanthane	ucb	La ₂ O ₃		
Standard de Chrome	Perkin elmer	Cr	1000µg/ml	7789-02-8

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

(1) Acide nitrique, C (HNO₃) = 1,5mol/l

Ajouter 100ml d'acide nitrique concentré à 600ml d'eau et diluer à 1000ml.

(2) Acide nitrique, C (HNO₃) = 0,03mol/l

Ajouter 1ml d'acide nitrique concentré à 400ml d'eau et diluer à 500ml avec de l'eau.

(3) Chlorure de Lanthane, LaCl₃ solution de p= 20g/l

Dissoudre 23.5gr d'oxyde de lanthane La₂O₃ dans 200ml de HCl (1,18gr/ml) puis compléter à 1000ml avec l'eau distillée.

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère du Chrome 1,0g/l : solution étalon certifier perkin Elmer,

fourni par HTDS, La solution reste stable pendant 1an, si elle est conservée dans des

Conditions appropriées.

4.2.2 Solution étalon fille du Chrome 100mg/l:

Pipeter 10ml de la solution étalon mère de Chrome dans une fiole de 100ml, ajouter 10ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée. La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans un flacon en polyéthylène à température ambiante.

4.2.3 Solutions d'étalonnages du Chrome :

Préparer au mois cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en Chrome attendues. Par exemple procéder de façon suivante pour la gamme de travail de 0,5mg/l à 5,0mg/l A l'aide d'une pipette transférer dans des fioles jaugées de 100ml respectivement, 0,5ml, 1,0ml, 2,0ml, 3,0ml et 5,0ml de la solution étalon de Chrome de 100mg/l.

Ajouter 10 ml de solution de chlorure de Lanthane (3); et Ajouter 0.5ml d'acide nitrique à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0,5mg/l, 1,0mg/l, 2,0mg/l, 3,0mg/l, et 5,0mg/l de Chrome.

4.2.4 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, 0,5ml d'acide nitrique, Plus 10 ml de solution de chlorure de Lanthane (3); et compléter au volume avec de l'eau distillée. Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillir dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage sur une membrane de diamètre de pore 0.45µm. pour stabiliser le filtrat, ajouter par exemple 10ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2, si nécessaire, rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

- a. Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1ml d'acide nitrique par litre d'échantillon, si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.
- b. Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.
- c. Introduire 100ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250ml. Ajouter 2 à 5ml d'acide nitrique et 1 à 2ml de peroxyde d'hydrogène.
- d. Chauffer le bécher sur une plaque chauffante ou dans un bain du sable afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5ml.
- e. Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec
- f. En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau, rajouter du peroxyde d'hydrogène avec précaution.
- g. Dissoudre le résidu dans 1ml d'acide nitrique et un peu d'eau

h. Transférer dans une fiole jaugée de 100ml après filtration sur le papier filtre standard (FIORONI 100mm) ,Ajouter 10 ml de solution de chlorure de Lanthane (3);et compléter au volume avec de l'eau distillée.

4.3.3 Essai à blanc :

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (Témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnages et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant :

- 1) Optimiser les conditions de la flamme
- 2) Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil (pour plus de détail voir en pratique).
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.
- 4) Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro après la mesure de chaque solution d'étalonnage.
- 5) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les Témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 6) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.
- 7) Lorsque la quantité du Chrome de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

Etablir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.

Calculer la concentration en masse $\rho(\text{Cr})$ de Chrome, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A_1 - A_0) * V_1}{B * V_2}$$

Où

- A_0 : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;
- A_1 : est l'absorbance de la solution de mesure ;
- B : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme,
- V_1 : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;
- V_2 : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0.01 mg/l la plus proche.

Exemples : Chrome (Cr): 0,07 mg/l
 Chrome (Cr): 0,41 mg/l
 Chrome (Cr): 1,40 mg/l

6. Conditions opératoires d'analyse par AAS :

Longueur d'onde : 357,9nm

Type de la flamme : Air / C2H2

Largeur de la fente : 0,7 nm

Débit de gaz : Air 13,5 L/min C2H2 2L/min

Pureté du gaz : 99,99

Intensité du courant de la lampe H.C.L : Max 30, OPERATE 25

Bruit de fond : AA + BG

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette.

9. Gamme de détection du paramètre :

Eléments dosés	Domaine d'application (mg/l)	Observation
Chrome	0,5 à 20	ISO 9174 :1998
	0,5 à 5,0	Réalisé au laboratoire
Limite de détection (mg/L)	0,08	
Limite de détermination (mg/L)	0,2	
Nombre de témoin utilisé	04	

10. Référence

ISO 9174 ; 1998

Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry Perkin Elmer

Procédures D'operations Standards

ONEDD-LRC

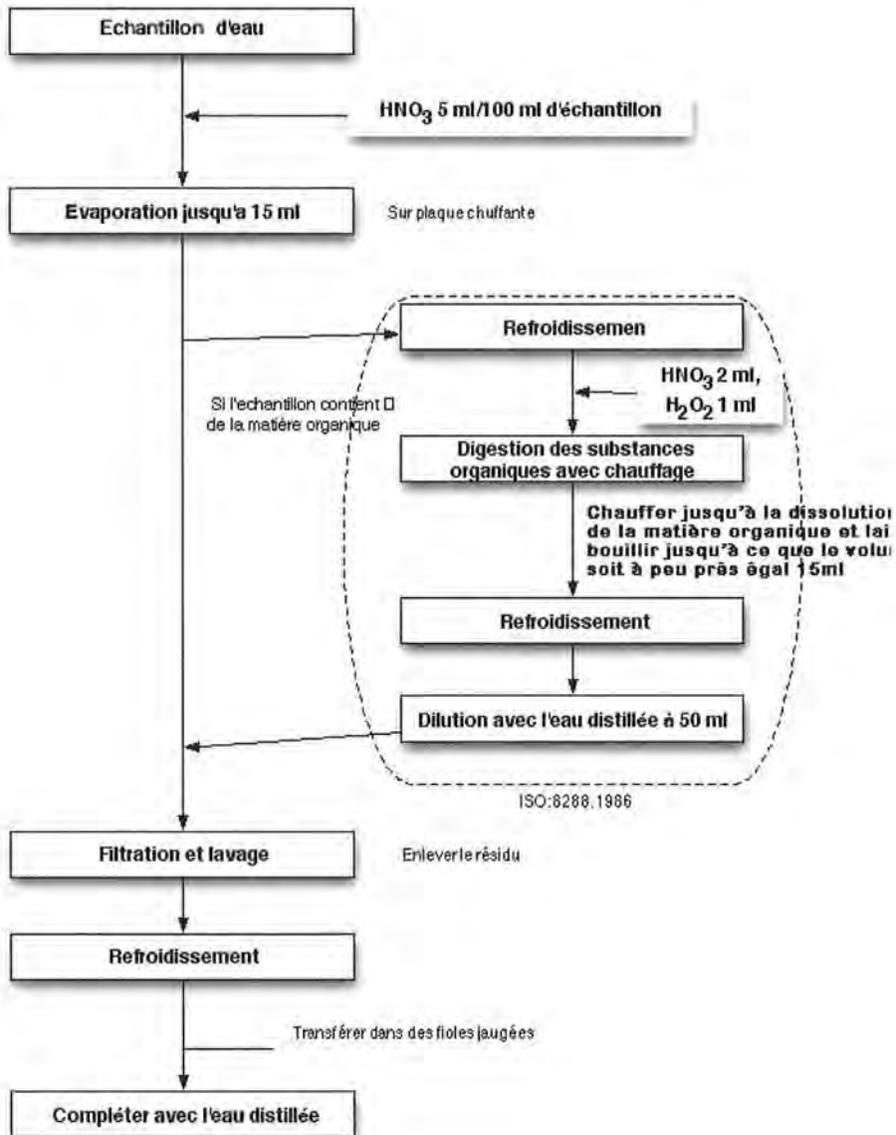
Laboratoire Régional de l'environnement

11. Enregistrement et les Révisions des Modes

Opérateurs Normalisés

Octobre 1, 2010: la première révision faite par Mr Houas OMAR.

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/CR/1.01**106/177*

11. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire :

Procédures D'opérations Standards

ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement

Titre:

Dosage du Cuivre (Cu)**Normes internationales: ISO : 8288 ; 1986 Qualité de l'eau****(Dosage du cobalt, nickel, cuivre, zinc, cadmium et plomb -- Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme)**

Objectifs: Analyse de L'eau	Réalisée par: M. HOUAS Omar
Date de préparation Juillet 2006	Responsable par : M. HOUAS Omar
Date d'Approuvé octobre 2011	Approuvé par: M. MOALI Mohamed

1. Élément Cible: détermination du Cuivre dans les eaux environnementales et industriels**1.1 Domaine d'application:**

La présente norme internationale décrit une méthode de détermination du Cuivre dans les eaux et des eaux usées pour des concentrations de 0,05mg/l à 6,0mg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme d'air / acétylène,

1.2 Principe:

Lorsque un échantillon acidifié est aspiré dans une flamme air /acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique, un faisceau lumineux d'une longueur d'onde donnée, traverse la solution, une fraction de la lumière incidente est absorbée en fonction de la concentration du composé à déterminer.

2. Précautions de sécurité:

Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisées pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments.

Le port de lunettes et de masques doit être envisagé pour éviter tout contact par projection de produits corrosifs toxiques, irritants, ou infectieux.

Les réactifs dangereux doivent être manipulés avec précaution.

Il est indispensable d'appliquer en permanence les mesures appropriées, Afin d'éviter d'éventuels accidents.

Il est important de manipuler tous les réactifs comme des produits potentiellement dangereux, et de respecter les procédures préventives.

*Modified: 2011/10/20**SOP No. LRC/CU/1.01**108/177*

3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs

3.1 Appareillage

(1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700
 Equipé de lampe à cathode creuse de Cuivre, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique et d'un ensemble «nébuliseur brûleur de 100mm» à flamme d'air /acétylène.

(2) Digesteur à micro onde speed micro wave Berghof

(3) Bain du sable Gerhard

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux.
 (Voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériel :

(1) Fioles jaugées : de capacité, (100 +/- 0,1ml), (1000 +/- 0,4ml).

(2) Pipettes à un trait : de capacité 2ml, (10ml +/- 0,02ml)

(3) Micropipettes (0,1 – 1,0 ml) RSD = 0,28%

(4) Micropipettes (1,0 – 5,0 ml)

(4) Béchers : de capacité 250ml.

(5) Erlen mayer de capacité 250 à 300ml

(6) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0.45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau

(7) Papier filtre standard FIORONI 100mm

(8) Eprouvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Peroxyde d'hydrogène	Panreac	H ₂ O ₂	30%	7722-84-1
Standard de Cuivre	Perkin elmer	Cu	1000µg/ml	7440-50-8

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

(1) Acide nitrique, C (HNO₃) = 1,5mol/l

Ajouter 100ml d'acide nitrique concentré à 600ml d'eau et diluer à 1000ml.

(2) Acide nitrique, C (HNO₃) = 0,03mol/l

Ajouter 1ml d'acide nitrique concentré à 400ml d'eau et diluer à 500ml avec de l'eau.

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère du Cuivre 1,0g/l :

solution étalon certifier perkin Elmer, fourni par HTDS, La solution reste stable pendant 1an, si elle est conservée dans des Conditions appropriées.

4.2.2 Solution étalon de Cuivre 100mg/l:

Pipeter 10ml de la solution étalon mère de cuivre dans une fiole de 100ml, ajouter 10ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée. La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans des flacons en polyéthylène à température ambiante.

4.2.3 Solution d'étalonnage de Cuivre:

Préparer au mois cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en Cuivre attendues. Par exemple procéder de façon suivante pour la gamme de travail de 0.5mg/l à 5.0mg/l ,A l'aide d'une pipette transférer dans des fioles jaugées de 100ml respectivement, 0,5ml, 2,0ml, 4,0ml, 6,0ml, 8,0ml, et 10,0ml de la solution étalon de Cuivre de 100mg/l.

Ajouter 0,5ml d'acide nitrique à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0.5mg/l, 1.0mg/l, 2.0mg/l, 3.0mg/l, et 5.0mg/l de Cuivre.

4.2.4 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100ml, 0,5ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée.

Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillir dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage sur une membrane de diamètre de pore 0.45µm. pour stabiliser le filtrat, ajouter par exemple 10ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2, si nécessaire, rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

- a. Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1ml d'acide nitrique par litre d'échantillon, si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.
- b. Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.
- c. Introduire 100ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250ml, Ajouter 2 à 5ml d'acide nitrique et 1 à 2ml de peroxyde d'hydrogène.
- d. Chauffer le bécher sur une plaque chauffante afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5ml.
- e. Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec
- f. En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau rajouter du peroxyde d'hydrogène avec précaution.
- g. Dissoudre le résidu dans 1ml d'acide nitrique et un peu d'eau

h. Transférer dans une fiole jaugée de 100ml après filtration sur le papier filtre standard (FIORONI 100mm) et compléter au volume avec de l'eau.

4.3.3 Essai à blanc :

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnages et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant :

- 1) Optimiser les conditions de la flamme
- 2) Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil (pour plus de détail voir en pratique).
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.
- 4) Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro après la mesure de chaque solution d'étalonnage.
- 5) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les Témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 6) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.
- 7) Lorsque la quantité de Cuivre de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

- Etablir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.
- Calculer la concentration en masse $\rho(\text{Cu})$ de Cuivre, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A_1 - A_0) * V_1}{B * V_2}$$

Où

- A_0 : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;
- A_1 : est l'absorbance de la solution de mesure ;
- B : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme,
- V_1 : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;
- V_2 : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0,01 mg/l la plus proche.

Exemples : Cuivre (Cu) : 0,07 mg/l
 Cuivre (Cu) : 0,41 mg/l
 Cuivre (Cu) : 1,40 mg/l

6. Conditions opératoires d'analyse :

Longueur d'onde : 324,8 nm

Type de la flamme : Air / C₂H₂

Largeur de la fente : 0,7 nm

Débit de gaz : Air 17 L/min C₂H₂ 2L/min

Pureté du gaz : 99,99

Intensité du courant de la lampe H.C.L : Max 25, OPERATE 15

Bruit de fond : AA

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable ;

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette.

Procédures D'operations Standards

ONEDD-LRC
Laboratoire Régional de l'environnement**9. Gamme de détection du paramètre :**

Elément	Cuivre (Cu)	Observation
Gamme de mesure (mg/L)	0,05 à 6,0	ISO 8288 ; 1986
	0,5 à 5,0	Réalisé au Laboratoire LRC
Limite de détection (mg/L)	0,03	
Limite de détermination (mg/L)	0,1	
Nombre de témoin utilisé	04	

10. Référence

ISO 8288; 1986

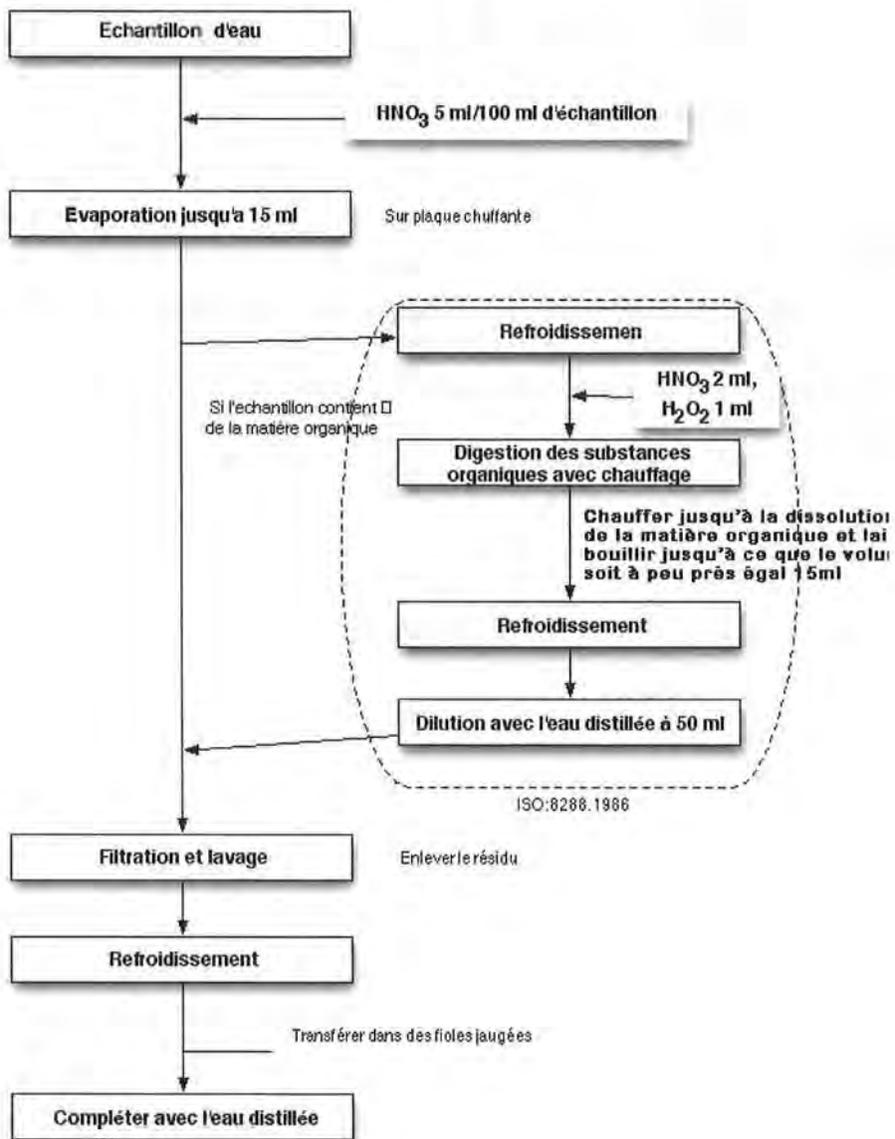
Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry Perkin Elmer

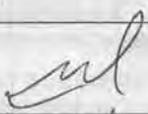
11. Enregistrement et les Révisions des Modes Opératoires Normalisés

October 1, 2010: First Revision was made by M. HOUAS Omar

*Modified: 2011/10/20**SOP No.LRC/CU/1.01**113/177*

12. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire :



Procédures D'operations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Dosage du Mercure (Hg)		
Normes internationales: ISO : 5666 ; 1999 Qualité de l'eau (Dosage du mercure)		
Les objectifs: Analyse de l'eau	Réalisée par: M. Houas OMAR	
Date de préparation Juillet 2006	Responsable par: M. Houas OMAR 	
Date d'Approuvé Juillet 2010	Approuvé par: M. Mohamed MOALI 	
1. Élément Cible: Détermination du Mercure dans les eaux environnementales et industriels		
1.1 Domaine d'application: La présente norme internationale décrit une méthode de détermination du Mercure dans les eaux de surface et les eaux usées à des concentrations de 0,1µg/l à 10µg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique sans flamme après minéralisation au permanganate – peroxydisulfate,		
1.2 Principe: Le mercure mono- ou bivalent est réduit à la forme élémentaire par le chlorure d'étain dans un milieu acide. Celui-ci est alors entraîné vers la cuvette de mesure absorbionométrique à l'aide d'un courant de gaz inerte. Les absorbances sont alors mesurées à une longueur d'onde de 253,7 nm d'un faisceau lumineux d'un spectromètre d'absorption atomique. Ainsi que les concentrations sont calculées en utilisant une courbe d'étalonnage.		
2. Précaution de sécurité: Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisées pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments. Le mercure et ces composés sont très toxiques, et reconnus comme neurotoxique pour l'homme, une extrême prudence doit être exercée lors de traitement des échantillons et des solutions qui contiennent du mercure. Éviter toute exposition par inhalation ; une protection individuelle doit être utilisée dans tous les cas où il existe un risque d'exposition au mercure et ces composés.		
3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs		
3.1 Appareillage (1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700 Équipé de lampes à cathode creuse du Mercure, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique		
<i>Modified: 2011/10/20</i>	<i>SOP No.LRC/HG/1.01</i>	<i>115/177</i>

- (2) Dispositif d'analyse de mercure : Perkin Elmer FIAS 400 qui comprend
- Une cellule d'absorption : cuvette en verre ou de quartz borosilicate, diamètre interne de 2cm et d'une longueur de 15cm avec des fenêtres à l'extrémité en quartz.
 - Une pompe péristaltique à air ou bouteille d'un gaz inerte avec une valve de réduction de pression et de tuyauterie en plastique pour la circulation.
 - Système de réaction
 - Source de chaleur pour la cellule de mesure ; empêcher la condensation d'eau.
- (3) Bain marie : Mammert Type WNB 14
 NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux.
 (Voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériel :

- Fioles jaugées : de capacité 10ml, 50ml, 100ml, 250ml, 500ml, 1000ml
- Pipettes à un trait : de capacité 1ml, 2ml, 5ml, 10ml, 20ml, 25ml, 50ml
- Micropipettes
- Béchers : de capacité 250ml.
- Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0.45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau
- Papier filtre standard FIORONI 100mm
- Eprouvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Acide sulfurique	Sigma- Aldrich	H ₂ SO ₄	95 -97%	7664-93-9
Permanganate de potassium	Panreac	KMnO ₄	99%	7722-64-7
dichromate de potassium	Merck	K ₂ Cr ₂ O ₇	99,9%	7778-50-9
persulfate de potassium	Panreac	K ₂ S ₂ O ₈	98%	7727-21-1
chlorure d'hydroxylammonium	UCb	NH ₄ OCl	97%	5470-11-1
chlorure d'étain	Fluka	SnCl ₂ 2H ₂ O	97%	10025-69-1
Standard du Mercure	Perkin elmer	Hg	1000 µ g/ml	7439-97-6

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

- Solution de permanganate de potassium à 50g/l
 Dissoudre 50gr de KMnO₄ dans 1000ml d'eau distillée.
 Actuellement est remplacé par des pincés en poudre de KMnO₄
- Solution de stabilisation :
 Dissoudre 5gr de dichromate de potassium dans 500ml d'acide nitrique ρ (1,40), puis diluer à 1000ml avec l'eau distillée.
 Actuellement est Remplacé par la solution de H₂SO₄ (1 :1)
- Solution de persulfate de potassium à 50g/l:
 Dissoudre 50gr de K₂S₂O₈ dans 1000ml d'eau distillée.
- Solution de chlorure d'hydroxylammonium à 80g/l

Modified: 2011/10/20

SOP No.LRC/HG/1.01

116/177

Dissoudre 8gr de NH_4OCl dans 100ml d'eau distillée.

(5) Solution de chlorure d'hydrogène HCl à 3%

Ajouter 30ml de HCl à 200ml d'eau Dans une fiole de 1000ml et compléter à 1000 ml d'eau distillée

(6) Solution de chlorure d'étain :

Dissoudre 11gr de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans 30ml de HCl 1,18g/ml compléter à 1000ml avec de l'eau distillée

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère du Mercure 1,0g/l :

Solution étalon certifier perkin Elmer, fourni par HTDS, La solution reste stable pendant 1an, si elle est conservée dans des conditions appropriées.

4.2.2 Solution étalon fille (I) du Mercure 10mg/l:

Pipeter 5ml de la solution étalon mère du Mercure dans une fiole de 500ml,

Ajouter 2, 5ml d'acide sulfurique (1 :1) et compléter au volume avec de l'eau distillée.

La solution reste stable pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans des conditions appropriées.

4.2.3 Solution étalon fille (II) du Mercure 50µg/l :

Pipeter 2,5ml de la solution étalon fille (I) du Mercure dans une fiole de 500ml,

Ajouter 2, 5ml d'acide sulfurique (1 :1) et compléter au volume avec de l'eau distillée.

La solution doit être préparée le jour même.

4.2.4 Solution d'étalonnage de Mercure:

Préparation des solutions de calibration de mercure

Pour la gamme de concentration de 5µg/l à 50µg/l, par exemple, opérer comme suit :

Pipeter dans une série de six fioles jaugées de 50 ml les volumes suivants 5 ml, 10ml, 15ml, 25 ml, et 50ml de la solution étalon fille (II) du mercure.

Ajouter 0,5ml de la solution de stabilisation H_2SO_4 (1:1) dans chaque fiole de 50ml.

Compléter avec de l'eau distillée et agiter.

Les solutions de calibrations contiennent respectivement les concentrations de mercure suivantes : 5 ; 10 ; 15 ; 25 et 50 µg/l de Hg

Note : les solutions étalons doit être préparées le jour même.

4.2.5 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 50ml, 0,5ml de la solution de stabilisation H_2SO_4 (1:1) ; et compléter au volume avec de l'eau distillée.

Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillir dans des récipients en verre borosilicaté ou enpolyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Les échantillons sont recueillis dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau. S'assurer que les récipients de prélèvement ne contiennent pas de mercure et ne causent aucune perte de mercure par l'adsorption.

Afin de limiter des pertes dues à l'adsorption sur les parois des récipients, ajouter 10ml de solution de stabilisateur et compléter à 1000ml avec de l'échantillon. Vérifier que l'échantillon a un pH approximativement de 1, montré par une couleur jaune orange, indiquant un excès de dichromate.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

- a. Transférer 100ml d'échantillon d'eau stabilisée ou d'un volume approprié (maximum 1000ml) dans un bécher de 250ml.
- b. Ajouter soigneusement 10ml d'acide sulfurique (1 :1), 5ml d'acide nitrique et une pincée de permanganate de potassium en poudre.
- c. Agiter bien le mélange après chaque addition.
- d. Lorsque la couleur du permanganate disparaît, ajouter peu à peu de permanganate de potassium en poudre, afin de conserver la couleur rouge dans la solution d'échantillon pendant environ 15min.
- e. Laisser reposer les échantillons pendant 15 minutes, puis ajoutez 10ml de la solution de persulfate de potassium.
- f. Procéder au chauffage des échantillons dans un bain marie dans une température de 95°C pendant 2h.
- g. Pendant la digestion, s'assurer qu'il y a un excès de permanganate de potassium, durant toute la période de chauffage en ajoutant du KMnO_4 .
- h. Refroidir les solutions d'échantillons à la température ambiante.
- i. Ajouter 10ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium dans chaque solution d'échantillon pour réduire l'excès de KMnO_4 .
- j. Récupérer les solutions d'échantillons dans des fioles de 250ml et compléter avec de l'eau distillée.
- k. Procéder à l'analyse par l'AAS aussitôt que possible.

4.3.3 Essai à blanc

(Essai à blanc) Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnage et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

5. Evaluation et Mesure**5.1 Mesure**

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant et:

- 1) Optimiser les conditions d'analyse du paramètre de mercure.
- 2) Aligner la cellule de mesure d'absorption.
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage.
- 4) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 5) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

Etablir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.

Calculer la concentration en masse ρ (Hg) de Mercure, exprimée en microgrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A - A_s) * VM}{b * V_p}$$

Où

A_s : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;

A : est l'absorbance de la solution de mesure ;

b : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par microgramme,

VM : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;

V_p : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0,1 $\mu\text{g/l}$ la plus proche.

Exemples : Mercure (Hg) : 0,7 $\mu\text{g/l}$

Mercure (Hg) : 2,0 $\mu\text{g/l}$

6. Conditions opératoires d'analyse :

Spectrométrie :

Technique ; AAS Hydrure

Temps d'intégration : 20 Secondes

Traitement des données : hauteur du pic

Longueur d'onde : 253,7 nm

Gaz vecteur : Argon

Largeur de la fente : 0,7 nm

Débit du gaz : 2 L/min

Pureté du gaz : 99,99

Intensité du courant de la lampe H.C.L : Max 8, OPERATE 6

Température de la cellule : 100°C

Carrier solution: 3% (v/v) HCl

Agent réducteur : 1,1% SnCl₂ dans 3%(v/v) HCl

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable ;

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette, tel que les déchets liquides du mercure.

9. Gamme de détection du paramètre :

Eléments dosés	Domaine d'application ($\mu\text{g/l}$)	Observation
Mercure	0,5 à 20	ISO 5666:1999
	5 à 50	Réalisé au laboratoire
Limite de détection ($\mu\text{g/l}$)	0,1	
Limite de détermination ($\mu\text{g/l}$)	1,0	
Nombre de témoin utilisé	04	

10. Référence

ISO : 5666 ; 1999

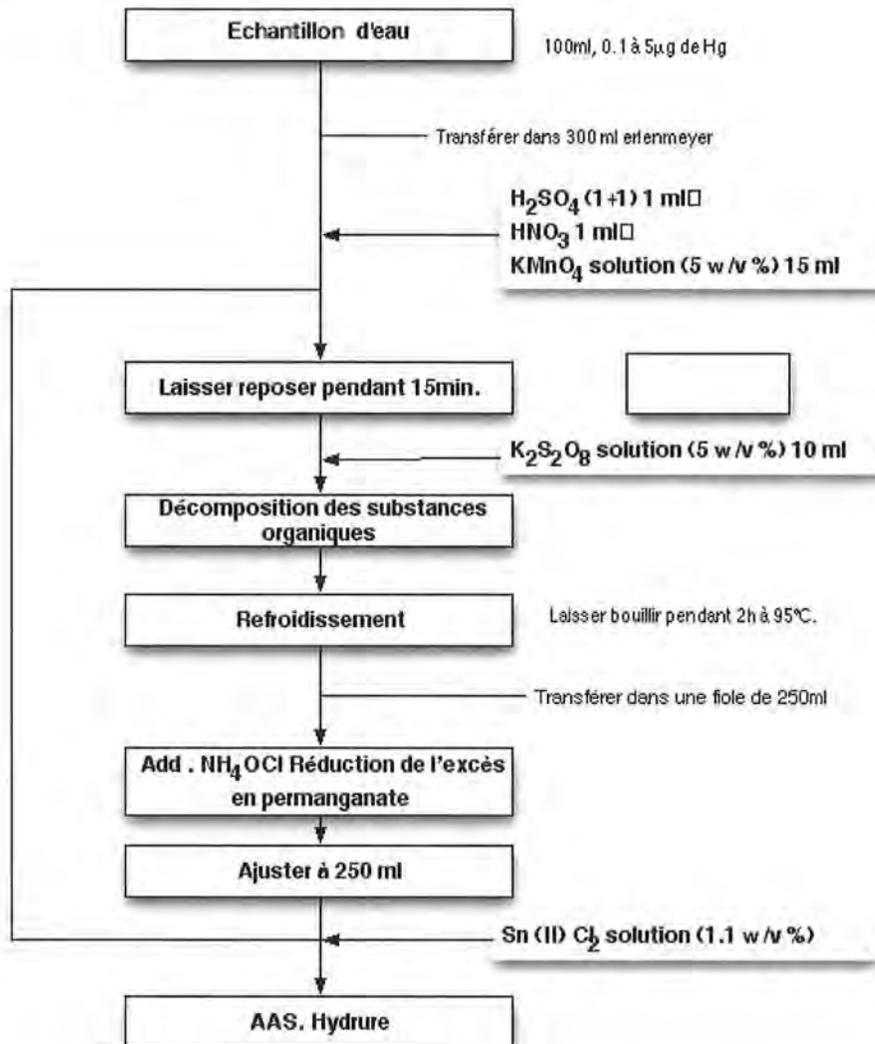
NA : 2761

Recommended analytical conditions and general information

11. Enregistrement et les Révisions des Modes Opératoires Normalisés

Octobre 1, 2010: la première révision faite par Mr HOUAS Omar.

12. Schémas de Procédure au Niveau De Laboratoire :

ISO:5666.1999
NA:2761

Procédures D'operations Standards		ONEDD-LRC Laboratoire Régional de l'environnement
Titre: Dosage du Nickel (Ni)		
Normes internationales: ISO : 8288 ; 1986 Qualité de l'eau (Dosage du cobalt, nickel, cuivre, zinc, cadmium et plomb -- Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme)		
Objectifs: Analyse de L'eau	Réalisée par : M. Houas OMAR	
Date de préparation Juillet 2006	Responsable par : M. Houas OMAR 	
Date d'Approuvé octobre 2011	Approuvé par: M. Mohamed MOALI 	
1. Elément Cible: détermination du Nickel dans les eaux environnementales et industriels		
1.1 Domaine d'application: La présente norme internationale décrit une méthode de détermination de Nickel dans les eaux et des eaux usées pour des concentrations de 0,1mg/l à 10,0mg/l, par la spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme d'air / acétylène,		
1.2 Principe: Lorsque un échantillon acidifié est aspiré dans une flamme air /acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique, un faisceau lumineux d'une longueur d'onde donnée, traverse la solution, une fraction de la lumière incidente est absorbée en fonction de la concentration du composé à déterminer		
2. Précautions de sécurité Les mesures de sécurité au laboratoire devraient être réalisé pour la santé et l'environnement dans les analyses des éléments. Le port de lunettes et de masques doit être envisagé pour éviter toutes contact par projection de produits corrosifs toxiques, irritants, ou infectieux. Les réactifs dangereux doivent être manipulés avec précaution. Il est indispensable d'appliquer en permanence les mesures appropriées, Afin d'éviter d'éventuels accidents. Il est important de manipuler tous les réactifs comme des produits potentiellement dangereux, et de respecter les procédures préventives.		
3. Appareillage, Matériel, Produits Chimiques et Réactifs		
3.1 Appareillage (1) Spectromètre d'absorption atomique : Perkin Elmer Analyst 700		
<i>Modified: 2011/10/20</i>	<i>SOP No. LRC/NI/1.01</i>	<i>122/177</i>

Equipé de lampes à cathode creuse de Nickel, d'un dispositif (Lampe Deutérium) permettant la correction de l'absorbance non spécifique et d'un ensemble «nébuliseur brûleur de 100mm» à flamme d'air /acétylène.

- (2) Digesteur à micro onde speed wave Berghof
- (3) Bain du sable Gerhard

NB : Respecter les instructions du constructeur pour le réglage des paramètres instrumentaux. (Voir les manuels d'instructions pour les conditions opérationnelles).

3.2 Matériel :

- (1) Fioles jaugées : de capacité, (100 +/- 0,1ml), (1000 +/- 0,4ml).
- (2) Pipettes à un trait : de capacité 2ml, (10ml +/- 0,02ml)
- (3) Micropipettes (0,1 – 1,0 ml) RSD = 0,28%
- (4) Micropipettes (1,0 – 5,0 ml)
- (4) Bêchers : de capacité 250ml.
- (5) Erlen mayer de capacité 250 à 300ml
- (6) Dispositif de filtration à membrane avec filtres : de diamètre de pores 0.45 µm, lavé soigneusement à l'acide nitrique dilué et rincé à l'eau
- (7) Papier filtre standard FIORONI 100mm
- (8) Eprouvette de 100ml

3.3 Produits Chimiques et Réactifs:

Réactifs	Marque	Formule chimique	Degré de pureté	N° Cas
Acide chlorhydrique	Biochim.	HCl	Min 37%	7647-01-0
Acide nitrique	Biochim.	HNO ₃	68 – 70%	7697-37-2
Peroxyde d'hydrogène	Panreac	H ₂ O ₂	30%	7722-84-1
Standard de Nickel	Perkin elmer	Ni	1000µg/ml	7440-02-0

NB : Utiliser les produits chimiques de qualité analytique reconnue

3.4 Préparation des Réactifs:

- (1) Acide nitrique, C (HNO₃) = 1,5mol/l
Ajouter 100ml d'acide nitrique concentré à 600ml d'eau et diluer à 1000ml.
- (2) Acide nitrique, C (HNO₃) = 0,03mol/l
Ajouter 1ml d'acide nitrique concentré à 400ml d'eau et diluer à 500ml avec de l'eau.

4. Echantillonnage et Prétraitement de L'Echantillon

4.1 Lavage et nettoyage du matériel:

Toute la verrerie doit être lavé soigneusement à l'acide nitrique tiède, dilué, à environ 2mol/l (par exemple, en laissant tremper 24h). Puis, rincer abondamment à l'eau, avant l'utilisation.

4.2 Préparation des solutions Standards

4.2.1 Solution étalon mère du Nickel 1,0g/l :

solution étalon certifier perkin Elmer, fourni par HTDS, La solution reste stable pendant 1an, si elle est conservée dans des conditions appropriées.

4.2.2 Solution étalon de Nickel 100mg/l:

Pipeter 10ml de la solution étalon mère de Nickel dans une fiole de 100ml, ajouter 10ml d'acide nitrique et compléter au volume avec de l'eau distillée. La solution reste stable

Modified: 2011/10/20

SOP No.LRC/NI/1.01

123/177

pendant au moins un mois lorsqu'elle est conservée dans des flacons en polyéthylène à température ambiante.

4.2.3 Solution d'étalonnage de Nickel:

Préparer au mois cinq solutions d'étalonnage en respectant les concentrations en Nickel attendues. Par exemple procéder de façon suivante pour la gamme de travail de 0,3mg/l à 2,0mg/l, A l'aide d'une pipette transférer dans des fioles jaugées de 100ml respectivement, 0,3ml, 0,5ml, 1,0ml, 1,5ml et 2,0ml de la solution étalon de Nickel de 100mg/l.

Ajouter 0,5ml d'acide nitrique à chacune de ces solutions. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0,3mg/l, 0,5mg/l, 1,0mg/l, 1,5mg/l, et 2,0mg/l de Nickel.

4.2.4 Solution à blanc

A l'aide d'une pipette, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, 0,5ml d'acide nitrique, et compléter au volume avec de l'eau distillée. Si l'échantillon nécessite un prétraitement par digestion, procéder à la même opération pour la solution à blanc (voir traitement et digestion des échantillons).

4.3 Prétraitement de L'Echantillon

Les échantillons sont recueillis dans des récipients en verre borosilicaté ou en polyéthylène préalablement lavés à l'acide nitrique et à l'eau.

4.3.1 Prétraitement pour le dosage des métaux dissout :

Filtrer l'échantillon d'eau dès que possible après l'échantillonnage sur une membrane de diamètre de pore 0.45µm, pour stabiliser le filtrat, ajouter par exemple 10ml d'acide nitrique par litre d'échantillon pour obtenir un pH inférieur à 2, si nécessaire, rajouter de l'acide jusqu'à obtention du pH voulu.

4.3.2 Prétraitement pour le dosage des métaux après minéralisation :

- a. Acidifier l'échantillon dès que possible après l'échantillonnage en ajoutant 1ml d'acide nitrique par litre d'échantillon, si nécessaire, rajouter de l'acide pour assurer un pH inférieur à 2.
- b. Homogénéiser l'échantillon, par exemple, en le secouant énergiquement.
- c. Introduire 100ml de l'échantillon homogénéisé dans un bécher de 250ml. Ajouter 2 à 5ml d'acide nitrique et 1 à 2ml de peroxyde d'hydrogène.
- d. Chauffer le bécher sur une plaque chauffante afin de concentrer le mélange, jusqu'à environ 0,5ml.
- e. Il est essentiel que l'échantillon ne soit pas réduit à sec
- f. En cas d'importante contamination organique de l'échantillon d'eau rajouter du peroxyde d'hydrogène avec précaution.
- g. Dissoudre le résidu dans 1ml d'acide nitrique et un peu d'eau

Transférer dans une fiole jaugée de 100ml après filtration sur le papier filtre standard (FIORONI 100mm) et compléter au volume avec de l'eau.

4.3.3 Essai à blanc :

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc (Témoin), en utilisant la même procédure et les mêmes quantités de réactifs que pour l'échantillonnages et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau distillée.

5. Evaluation et Mesure

5.1 Mesure

Avant d'effectuer les mesures, régler les paramètres du spectromètre d'absorption atomique selon les instructions du fabricant :

- 1) Optimiser les conditions de la flamme
- 2) Régler le zéro de l'appareil en pulvérisant dans la flamme la solution de réglage du zéro de l'appareil, (pour plus de détail voir en pratique).
- 3) Etalonnage : pour établir la courbe d'étalonnage, pulvériser successivement dans la flamme les solutions d'étalonnage par ordre croissant de concentration et noter l'absorbance.
- 4) Vérifier le réglage du zéro de l'appareil avec la solution du point zéro après la mesure de chaque solution d'étalonnage.
- 5) Essais de contrôle : poursuivre en mesurant la solution à blanc (les Témoins) et les solutions de mesures (les échantillons) et noter les absorbances.
- 6) Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable.
- 7) Lorsque la quantité de Nickel de la solution de mesure dépasse la zone de validité de la courbe d'étalonnage, diluer la solution de mesure avec la solution d'essai à blanc.

5.2 Evaluation

5.2.1 Calcul

Etablir la fonction d'étalonnage par régression linéaire en utilisant les données obtenues à partir des mesures des solutions d'étalonnage.

Calculer la concentration en masse $\rho(\text{Ni})$ de Nickel, exprimée en milligrammes par litre, dans l'échantillon d'eau à l'aide de l'équation :

$$\rho(M) = \frac{(A_1 - A_0) * V_1}{B * V_2}$$

Où

- A_0 : est l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;
- A_1 : est l'absorbance de la solution de mesure ;
- B : est la pente de la courbe d'étalonnage, en litres par milligramme,
- V_1 : est le volume, en millilitres, de la solution de mesure ;
- V_2 : est le volume, en millilitres, de l'échantillon d'eau utilisé pour la préparation de la solution de mesure.

Les paliers de dilution qui diffèrent de ceux indiqués ci-dessus doivent être pris en compte pour le calcul.

5.2.2 Expression des résultats :

Arrondir les résultats à la valeur 0,01 mg/l la plus proche.

- Exemples :
- Nickel (Ni) : 0,07 mg/l
 - Nickel (Ni) : 0,41 mg/l
 - Nickel (Ni) : 1, 40 mg/l

6. Conditions opératoires d'analyse par AAS :

Longueur d'onde : 232,3 nm

Type de la flamme : Air / C2H2

Largeur de la fente : 0,7 nm

Débit de gaz : Air 17 L/min C2H2 2L/min

Pureté du gaz : 99,99

Intensité du courant de la lampe H.C.L : Max 40, OPERATE 25

Bruit de fond : AA / BG

7. Contrôle de la qualité

Après chaque série de mesures, mais au moins après 10 à 20 mesures, utiliser la solution d'essai à blanc et une solution d'étalonnage à mi-gamme pour vérifier si la courbe d'étalonnage est toujours valable

La mesure d'un blanc après chaque échantillon assure la fiabilité de la mesure.

Entre chaque série d'analyse, un échantillon de référence est analysé pour vérifier la qualité de la mesure.

8. Les déchets Liquides :

Les déchets liquides qui s'écoulent lors de la mesure ou du prétraitement doivent être manipulés de manière différente en fonction des caractéristiques propres aux solvants et solutés qu'ils contiennent.

Les déchets chimiques liquides non toxiques pourront être rejetés par le biais des lavabos et éviers dans le réseau d'égout après neutralisation.

Les autres déchets inorganiques toxiques qui ne peuvent pas être traités au laboratoire ou qui nécessitent un traitement spécifique. Il sera nécessaire pour ces déchets de procéder à une collecte dans des bidons séparés en évitant de les mélanger entre eux. Et qui seront clairement identifiables par une étiquette.

9. Limite de détection du paramètre :

Elément	Nickel (Ni)	Observation
Gamme de mesure (mg/L)	0,1 à 10	ISO 8288 ; 1986
	0,3 à 2,0	Réalisé au laboratoire
Limite de détection (mg/L)	0,08	LRC
Limite de détermination (mg/L)	0,2	
Nombre de témoin utilisé	04	

10. Référence

ISO 8288 ; 1986

Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry Perkin Elmer

11. Enregistrement et les Révisions des Modes

Opératoires Normalisés

Octobre, 2010: première révision faite par M. HOUAS Omar.

12. Schémas de Procédure au Niveau de Laboratoire :

