

Détermination du Cd, Cu, Ni, Pb et Zn dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)

Version 2.0 (2021)

Code	NaNO ₃ -Mes		Secteurs d'utilisation possibles
Secteur d'utilisation	Conseil de fumure	Grandes cultures et herbage	
		Légumes (en pleine terre et sous serre)	
		Viticulture, Arboriculture, Culture de baies, Plantes aromatiques et médicinales	
	Caractérisation du site		
	Appréciation des polluants		x
	Engrais de recyclage	Compost	
		Digestat solide	
		Digestat liquide	
		Boue d'épuration	
	Engrais de ferme	Fumier	
Lisier			
Engrais minéraux			
Charbon végétal			
Recherche			
Bases légales / Mise en application de prescriptions légales	Mesure des polluants dans des échantillons de sol selon OSsol. Le contenu quasi-total et soluble étant connus, des déclarations sur le taux de contamination des sols avec des métaux lourds pourront être faites.		
Critères de reconnaissance pour les laboratoires	Les limites de l'essai interlaboratoire ISE (WEPAL) sont respectées. Une liste actuelle des laboratoires recommandés est publiée sur le site internet d'Agroscope.		
Méthodes correspondantes	Prélèvement de l'échantillon	SDAN-PN	
	Préparation de l'échantillon	SDAN-PA	
	extraction	NaNO ₃ -Ex	
	mesure	NaNO ₃ -Mes, TS	

Domaine de concentration / de mesure	
Résultat	µg Cd/kg matière sèche: pas de décimale µg Cu/kg matière sèche: pas de décimale µg Ni/kg matière sèche: pas de décimale µg Pb/kg matière sèche: pas de décimale µg Zn/kg de sol séché à l'air: une décimale
Méthodes équivalentes	Méthode de convention
Sécurité / environnement	Pas de précautions spéciales



Table des matières

Détermination du Cd dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)	3
Détermination du Cu dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)	5
Détermination du Ni dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)	7
Détermination du Pb dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)	10
Détermination du Zn dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)	13

Détermination du Cd dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)

1. Principe

La teneur en cadmium des extraits au nitrate de sodium (Méthode NaNO₃-Ex) est déterminée après une dilution appropriée par spectrométrie d'absorption atomique électrothermique avec compensation du bruit de fond.

2. Exécution

Appareils et ustensiles

- (A) Spectromètre d'absorption atomique (SAA) électrothermique avec compensation du bruit de fond (effet Zeeman ou lampe au deutérium), argon, four en graphite pyrolytique avec plate-forme L'vov, lampe spécifique pour le cadmium (EDL ou cathode creuse).
- (B) Appareil de dilution avec jeu de seringues
- (C) Divers ballons jaugés, béchers et récipients
- (D) Agitateur magnétique
- (E) Balance analytique (0.001 g)

Réactifs

- (1) Eau déionisée (H₂O, conductibilité $\leq 1\mu\text{S/cm}$, ISO grade 2)
- (2) Acide nitrique p.a. (HNO₃ 65 %, M = 63.01 g/mol)
- (3) Acide nitrique (5 %):
Diluer 55 ml d'acide nitrique (2) dans approximativement 700 ml H₂O (1). Amener ensuite à la marque du ballon jaugé de 1000 ml (C) avec de l'eau (1).
- (4) Solution nitrate de sodium 0.1 M acidifiée avec de l'acide nitrique
Peser 8.50 g nitrate de sodium (NaNO₃ p.a., M = 84.99 g/mol) dans un bécher (C), rincer avec l'eau (1) dans un ballon jaugé de 1000 ml (C) et diluer (D). Ajouter 40 ml acide nitrique (2) et amener à la marque avec de l'eau (1).
- (5) Solution de modificateur de matrice:
Peser 0.50 g d'ammonium dihydrogenphosphate suprapur ((NH₄)H₂PO₄, M = 115.03 g/mol) et 0.150 g de nitrate de magnésium hexahydrate suprapur (Mg(NO₃)₂.6H₂O, M = 256.41 g/mol). Ajouter approximativement 25 ml d'eau (1) et mélanger (D). Après la dissolution des sels, transférer quantitativement le mélange dans un ballon jaugé de 50 ml (C) en rinçant avec de l'eau (1). Amener à la marque avec de l'eau (1).
- (6) Solutions standards:
 - (6a) Solution-mère de cadmium: 1.000 g Cd/l, prête à l'emploi et de teneur certifiée.
 - (6b) Solution standard de cadmium (1 mg Cd/l):
Pipetter 0.1 ml de solution-mère de cadmium (6a) dans un ballon jaugé de 100 ml (C) et amener à la marque avec de l'acide nitrique (0.1 M) (4).
- (7) Solutions de calibration:
 - 0 µg Cd/l: nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 1.0 µg Cd/l: diluer 0.1 ml de solution de cadmium (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 2.0 µg Cd/l: diluer 0.2 ml de solution de cadmium (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 3.0 µg Cd/l: diluer 0.3 ml de solution de cadmium (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).

Mode opératoire

Toute la verrerie utilisée sera nettoyée à l'acide nitrique 5 % (3) et rincée à l'eau (1) pour éliminer une contamination possible.

Programmer le passeur d'échantillons pour une injection de 20 µl de solution et de 20 µl de modificateur de matrice (5). Mesurer une après l'autre les solutions de calibration et les échantillons (extraits de sol) en utilisant un programme de température spécifique pour la mesure du cadmium. Si la concentration d'un extrait est hors des limites de la calibration, celui-ci sera dilué avec la solution nitrate de sodium (0.1 M) (4) et mesuré une nouvelle fois.

- Réglages: Longueur d'onde: 228.8 nm
 Fente: 0.7 nm
- Paramètres dépendant du SAA: Température de minéralisation: 850 °C (flux d'argon: 300 ml/min)
 Température d'atomisation: 1800 °C (flux d'argon: 0 ml/min)

3. Calcul

Les résultats en µg Cd/kg de matière sèche sont calculés de la manière suivante:

a = Teneur en cadmium dans la solution (µg Cd/l) en fonction de la courbe d'étalonnage.

b = facteur de dilution d'origine: 75 ml de solution d'extrait correspondent à 30 g de sol.
 1000 ml de solution d'extrait correspondent à 400 g de sol.

$$b = \frac{1000}{400} = 2.5$$

Selon la méthode NaNO₃-Ex les extraits du sol sont acidifiés avec 2 ml d'acide nitrique (65%). Cette dilution doit être prise en compte:

c = facteur de dilution d'origine: 50 ml de solution de mesure contiennent 48 ml de solution d'extrait
 1000 ml de solution de mesure contiennent 960 ml de solution d'extrait

$$c = \frac{1000}{960} = 1.0417$$

d = matière sèche en % selon la méthode de référence TS

Toute dilution supplémentaire devra être incluse dans le calcul.

$$\mu\text{g Cd/kg matière sèche} = a \cdot b \cdot c \cdot 100 / d$$

4. Résultat

µg Cd/kg matière sèche: pas de décimale

5. Remarques

La mesure d'un blanc, qui a subi la même préparation que les échantillons de sol (méthode NaNO₃-Ex), permettra de mettre en évidence un problème de contamination.

Un contrôle périodique des résultats devrait être effectué lors de la détermination par la mesure:

d'une solution de calibration préparée à partir d'une solution-mère de cadmium indépendante de celle utilisée pour la calibration de l'appareil.

d'un échantillon de référence de matrice semblable aux échantillons à mesurer.

La température et la durée des différentes étapes du programme de température doivent être ajustées en fonction de l'appareil, de l'âge du four et de la nature des échantillons. Le programme de température se compose du séchage, de la minéralisation, de l'atomisation de la solution injectée et finalement du nettoyage du four à température maximale.

L'ajout de modificateur de matrice empêche les pertes de cadmium par volatilisation pendant la minéralisation et l'effet Zeeman (ou la lampe au deutérium) compense les interférences dues au bruit de fond. Ces deux mesures sont essentielles pour l'obtention de résultats valables.

Détermination du Cu dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)

6. Principe

La teneur en cuivre des extraits au nitrate de sodium (Méthode NaNO₃-Ex) est déterminée après une dilution appropriée par spectrométrie d'absorption atomique électrothermique avec compensation du bruit de fond.

7. Exécution

Appareils et ustensiles

- (A) Spectromètre d'absorption atomique électrothermique avec compensation du bruit de fond (effet Zeeman ou lampe au deutérium), argon, four en graphite pyrolytique avec plate-forme L'vov, lampe spécifique pour le cuivre (EDL ou cathode creuse).
- (B) Appareil de dilution avec jeu de seringues
- (C) Divers ballons jaugés, béchers et récipients
- (D) Agitateur magnétique
- (E) Balance analytique (0.001 g)

Réactifs

- (1) Eau déionisée (H₂O, conductibilité $\leq 1\mu\text{S/cm}$, ISO grade 2)
- (2) Acide nitrique p.a. (HNO₃ 65 %, M = 63.01 g/mol)
- (3) Acide nitrique (5 %):
Diluer 55 ml d'acide nitrique (2) dans approximativement 700 ml H₂O (1). Amener ensuite à la marque du ballon jaugé de 1000 ml (C) avec de l'eau (1).
- (4) Solution nitrate de sodium 0.1 M acidifiée avec de l'acide nitrique
Peser 8.50 g nitrate de sodium (NaNO₃ p.a., M = 84.99 g/mol) dans un bécher (C), rincer avec l'eau (1) dans un ballon jaugé de 1000 ml (C) et diluer. Ajouter 40 ml acide nitrique (2) et amener à la marque avec de l'eau (1).
- (5) Solution de modificateur de matrice:
Peser 0.50 g d'ammonium dihydrogenphosphate suprapur ((NH₄)H₂PO₄, M = 115.03 g/mol) et 0.150 g de nitrate de magnésium hexahydrate suprapur (Mg(NO₃)₂.6H₂O, M = 256.41 g/mol). Ajouter approximativement 25 ml d'eau (1) et mélanger (D). Après la dissolution des sels, transférer quantitativement le mélange dans un ballon jaugé de 50 ml (C) en rinçant avec de l'eau (1). Amener à la marque avec de l'eau (1).
- (6) Solutions standards:
 - (6a) Solution-mère de cuivre: 1.000 g Cu/l, prête à l'emploi et de teneur certifiée.
 - (6b) Solution standard de cuivre (10 mg Cu/l):
Pipetter 1.0 ml de solution-mère de cuivre (6a) dans un ballon jaugé de 100 ml (C) et amener à la marque avec de l'acide nitrique (0.1 M) (4).
- (7) Solutions de calibration:
 - 0 $\mu\text{g Cu/l}$: nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 10 $\mu\text{g Cu/l}$: diluer 0.1 ml de solution de cuivre (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 20 $\mu\text{g Cu/l}$: diluer 0.2 ml de solution de cuivre (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 30 $\mu\text{g Cu/l}$: diluer 0.3 ml de solution de cuivre (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 50 $\mu\text{g Cu/l}$: diluer 0.5 ml de solution de cuivre (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).

Mode opératoire

Toute la verrerie utilisée sera nettoyée à l'acide nitrique 5 % (3) et rincée à l'eau (1) pour éliminer une contamination possible.

Programmer le passeur d'échantillons pour une injection de 20 µl de solution et de 20 µl de modificateur de matrice (5). Mesurer une après l'autre les solutions de calibration et les échantillons (extraits de sol) en utilisant un programme de température spécifique pour la mesure du cuivre. Si la concentration d'un extrait est hors des limites de la calibration, celui-ci sera dilué avec la solution nitrate de sodium (0.1 M) (4) et mesuré une nouvelle fois.

- Réglages: Longueur d'onde: 324.8 nm
 Fente: 0.7 nm
- Paramètres dépendant du SAA: Température de minéralisation: 1300 °C (flux d'argon: 300 ml/min)
 Température d'atomisation: 2300 °C (flux d'argon: 0 ml/min)

8. Calcul

Les résultats en µg Cu/kg matière sèche sont calculés de la manière suivante:

a = Teneur en cuivre dans la solution (µg Cu/l) en fonction de la courbe d'étalonnage.

b = facteur de dilution d'origine: 75 ml de solution d'extrait correspondent à 30 g de sol.
 1000 ml de solution d'extrait correspondent à 400 g de sol.

$$b = \frac{1000}{400} = 2.5$$

Selon la méthode NaNO₃-Ex les extraits du sol sont acidifiés avec 2 ml d'acide nitrique (65%). Cette dilution doit être prise en compte:

c = facteur de dilution d'origine: 50 ml de solution de mesure contiennent 48 ml de solution d'extrait
 1000 ml de solution de mesure contiennent 960 ml de solution d'extrait

$$c = \frac{1000}{960} = 1.0417$$

d = matière sèche en % selon la méthode de référence TS

Toute dilution supplémentaire devra être incluse dans le calcul.

$$\mu\text{g Cu/kg matière sèche} = a \cdot b \cdot c \cdot 100 / d$$

9. Résultat

µg Cu/kg matière sèche: pas de décimale

10. Remarques

La mesure d'un blanc, qui a subi la même préparation que les échantillons de sol (méthode NaNO₃-Ex), permettra de mettre en évidence un problème de contamination.

Un contrôle périodique des résultats devrait être effectué lors de la détermination par la mesure:

- d'une solution de calibration préparée à partir d'une solution-mère de cuivre indépendante de celle utilisée pour la calibration de l'appareil.
- d'un échantillon de référence de matrice semblable aux échantillons à mesurer.

La température et la durée des différentes étapes du programme de température doivent être ajustées en fonction de l'appareil, de l'âge du four et de la nature des échantillons. Le programme de température se compose du séchage, de la minéralisation, de l'atomisation de la solution injectée et finalement du nettoyage du four à température maximale.

L'effet Zeeman (ou la lampe au deutérium) compense les interférences dues au bruit de fond et l'ajout de modificateur de matrice augmente la reproductibilité de la mesure. Ces deux mesures sont essentielles pour l'obtention de résultats valables.

Détermination du Ni dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)

11. Principe

La teneur en nickel des extraits au nitrate de sodium (Méthode $\text{NaNO}_3\text{-Ex}$) est déterminée après une dilution appropriée par spectrométrie d'absorption atomique électrothermique avec compensation du bruit de fond.

12. Exécution

Appareils et ustensiles

- (A) Spectromètre d'absorption atomique (SAA) électrothermique avec compensation du bruit de fond (effet Zeeman ou lampe au deutérium), argon, four en graphite pyrolytique avec plate-forme L'vov, lampe spécifique pour le nickel (EDL ou cathode creuse).
- (B) Appareil de dilution avec jeu de seringues
- (C) Divers ballons jaugés, béchers et récipients
- (D) Agitateur magnétique
- (E) Balance analytique (0.001 g)

Réactifs

- (1) Eau déionisée (H_2O , conductibilité $\leq 1\mu\text{S/cm}$, ISO grade 2)
- (2) Acide nitrique p.a. (HNO_3 65 %, $M = 63.01$ g/mol)
- (3) Acide nitrique (5 %):
Diluer 55 ml d'acide nitrique (2) dans approximativement 700 ml H_2O (1). Amener ensuite à la marque du ballon jaugé de 1000 ml (C) avec de l'eau (1).
- (4) Solution nitrate de sodium 0.1 M acidifiée avec de l'acide nitrique
Peser 8.50 g nitrate de sodium (NaNO_3 p.a., $M = 84.99$ g/mol) dans un bécher (C), rincer avec l'eau (1) dans un ballon jaugé de 1000 ml (C) et diluer. Ajouter 40 ml acide nitrique (2) et amener à la marque avec de l'eau (1).
- (5) Solution de modificateur de matrice:
Peser 0.50 g d'ammonium dihydrogenphosphate suprapur ($(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$, $M = 115.03$ g/mol) et 0.150 g de nitrate de magnésium hexahydrate suprapur ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $M = 256.41$ g/mol). Ajouter approximativement 25 ml d'eau (1) et mélanger (D). Après la dissolution des sels, transférer quantitativement le mélange dans un ballon jaugé de 50 ml (C) en rinçant avec de l'eau (1). Amener à la marque avec de l'eau (1).
- (6) Solutions standards:
 - (6a) Solution-mère de nickel: 1.000 g Ni/l, prête à l'emploi et de teneur certifiée.
 - (6b) Solution standard de nickel (10 mg Ni/l):
Pipetter 1.0 ml de solution-mère de nickel (6a) dans un ballon jaugé de 100 ml (C) et amener à la marque avec de l'acide nitrique (0.1 M) (4).
- (7) Solutions de calibration:
 - 0 $\mu\text{g Ni/l}$: nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 10 $\mu\text{g Ni/l}$: diluer 0.1 ml de solution de nickel (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 20 $\mu\text{g Ni/l}$: diluer 0.2 ml de solution de nickel (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 30 $\mu\text{g Ni/l}$: diluer 0.3 ml de solution de nickel (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 50 $\mu\text{g Ni/l}$: diluer 0.5 ml de solution de nickel (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).

Mode opératoire

Toute la verrerie utilisée sera nettoyée à l'acide nitrique 5 % (3) et rincée à l'eau (1) pour éliminer une contamination possible.

Programmer le passeur d'échantillons pour une injection de 20 µl de solution et de 10 µl de modificateur de matrice (5). Mesurer une après l'autre les solutions de calibration et les échantillons (extraits de sol) en utilisant un programme de température spécifique pour la mesure du nickel. Si la concentration d'un extrait est hors des limites de la calibration, celui-ci sera dilué avec la solution nitrate de sodium (0.1 M) (4) et mesuré une nouvelle fois.

- Réglages: Longueur d'onde: 232.0 nm
 Fente: 0.2 nm
- Paramètres dépendant du SAA: Température de minéralisation: 1400 °C (flux d'argon: 300 ml/min)
 Température d'atomisation: 2500 °C (flux d'argon: 0 ml/min)

13. Calcul

Les résultats en µg Ni/kg matière sèche sont calculés de la manière suivante:

a = Teneur en nickel dans la solution (µg Ni/l) en fonction de la courbe d'étalonnage.

b = facteur de dilution d'origine:

75 ml de solution d'extrait correspondent à 30 g de sol.

1000 ml de solution d'extrait correspondent à 400 g de sol.

$$b = \frac{1000}{400} = 2.5$$

Selon la méthode NaNO₃-Ex les extraits du sol sont acidifiés avec 2 ml d'acide nitrique (65%). Cette dilution doit être prise en compte:

c = facteur de dilution d'origine:

50 ml de solution de mesure contiennent 48 ml de solution d'extrait

1000 ml de solution de mesure contiennent 960 ml de solution d'extrait

$$c = \frac{1000}{960} = 1.0417$$

d = matière sèche en % selon la méthode de référence TS

Toute dilution supplémentaire devra être incluse dans le calcul.

$$\mu\text{g Ni/kg matière sèche} = a \cdot b \cdot c \cdot 100 / d$$

14. Résultat

µg Ni/kg matière sèche: pas de décimale

15. Remarques

La mesure d'un blanc, qui a subi la même préparation que les échantillons de sol (méthode NaNO₃-Ex), permettra de mettre en évidence un problème de contamination.

Un contrôle périodique des résultats devrait être effectué lors de la détermination par la mesure:

- d'une solution de calibration préparée à partir d'une solution-mère de nickel indépendante de celle utilisée pour la calibration de l'appareil.
- d'un échantillon de référence de matrice semblable aux échantillons à mesurer.

La température et la durée des différentes étapes du programme de température doivent être ajustées en fonction de l'appareil, de l'âge du four et de la nature des échantillons. Le programme de température se compose du séchage, de la minéralisation, de l'atomisation de la solution injectée et finalement du nettoyage du four à température maximale.

L'effet Zeeman (ou la lampe au deutérium) compense les interférences dues au bruit de fond et l'ajout de modificateur de matrice augmente la reproductibilité de la mesure. Ces deux mesures sont essentielles pour l'obtention de résultats valables.

Détermination du Pb dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)

16. Principe

La teneur en plomb des extraits au nitrate de sodium (Méthode NaNO₃-Ex) est déterminée après une dilution appropriée par spectrométrie d'absorption atomique électrothermique avec compensation du bruit de fond.

17. Exécution

Appareils et ustensiles:

- (A) Spectromètre d'absorption atomique (SAA) électrothermique avec compensation du bruit de fond (effet Zeeman ou lampe au deutérium), argon, four en graphite pyrolytique avec plate-forme L'vov, lampe spécifique pour le plomb (EDL ou cathode creuse).
- (B) Appareil de dilution avec jeu de seringues
- (C) Divers ballons jaugés, béchers et récipients
- (D) Agitateur magnétique
- (E) Balance analytique (0.001 g)

Réactifs

- (1) Eau déionisée (H₂O, conductibilité $\leq 1\mu\text{S/cm}$, ISO grade 2)
- (2) Acide nitrique p.a. (HNO₃ 65 %, M = 63.01 g/mol)
- (3) Acide nitrique (5 %):
Diluer 55 ml d'acide nitrique (2) dans approximativement 700 ml H₂O (1). Amener ensuite à la marque du ballon jaugé de 1000 ml (C) avec de l'eau (1).
- (4) Solution nitrate de sodium 0.1 M acidifiée avec de l'acide nitrique
Peser 8.50 g nitrate de sodium (NaNO₃ p.a., M = 84.99 g/mol) dans un bécher (C), rincer avec l'eau (1) dans un ballon jaugé de 1000 ml (C) et diluer. Ajouter 40 ml acide nitrique (2) et amener à la marque avec de l'eau (1).
- (5) Solution de modificateur de matrice:
Peser 0.50 g d'ammonium dihydrogenphosphate suprapur ((NH₄)H₂PO₄, M = 115.03 g/mol) et 0.150 g de nitrate de magnésium hexahydrate suprapur (Mg(NO₃)₂.6H₂O, M = 256.41 g/mol). Ajouter approximativement 25 ml d'eau (1) et mélanger (D). Après la dissolution des sels, transférer quantitativement le mélange dans un ballon jaugé de 50 ml (C) en rinçant avec de l'eau (1). Amener à la marque avec de l'eau (1).
- (6) Solutions standards:
 - (6a) Solution-mère de plomb: 1.000 g Pb/l, prête à l'emploi et de teneur certifiée.
 - (6b) Solution standard de plomb (10 mg Pb/l):
Pipetter 1.0 ml de solution-mère de plomb (6a) dans un ballon jaugé de 100 ml (C) et amener à la marque avec de l'acide nitrique (0.1 M) (4).
- (7) Solutions de calibration:
 - 0 $\mu\text{g Pb/l}$: nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 12.5 $\mu\text{g Pb/l}$: diluer 0.125 ml de solution standard de plomb (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (4).
 - 25.0 $\mu\text{g Pb/l}$: diluer 0.250 ml de solution standard de plomb (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (4).
 - 37.5 $\mu\text{g Pb/l}$: diluer 0.375 ml de solution standard de plomb (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (4).
 - 50.0 $\mu\text{g Pb/l}$: diluer 0.500 ml de solution standard de plomb (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (4).
 - 62.5 $\mu\text{g Pb/l}$: diluer 0.625 ml de solution standard de plomb (6b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (4).

Mode opératoire

Toute la verrerie utilisée sera nettoyée à l'acide nitrique 5 % (3) et rincée à l'eau (1) pour éliminer une contamination possible.

Programmer le passeur d'échantillons pour une injection de 20 µl de solution et de 20 µl de modificateur de matrice (5). Mesurer une après l'autre les solutions de calibration et les échantillons (extraits de sol) en utilisant un programme de température spécifique pour la mesure du plomb. Si la concentration d'un extrait est hors des limites de la calibration, celui-ci sera dilué avec la solution nitrate de sodium (0.1 M) (4) et mesuré une nouvelle fois.

- Réglages: Longueur d'onde: 283.3 nm
 Fente: 0.7 nm
- Paramètres dépendant du SAA: Température de minéralisation: 800 °C (flux d'argon: 300 ml/min)
 Température d'atomisation: 2000 °C (flux d'argon: 0 ml/min)

18. Calcul

Les résultats en µg Pb/kg matière sèche sont calculés de la manière suivante:

a = Teneur en plomb dans la solution (µg Pb/l) en fonction de la courbe d'étalonnage.

b = facteur de dilution d'origine:

75 ml de solution d'extrait correspondent à 30 g de sol.

1000 ml de solution d'extrait correspondent à 400 g de sol.

$$b = \frac{1000}{400} = 2.5$$

Selon la méthode NaNO₃-Ex les extraits du sol sont acidifiés avec 2 ml d'acide nitrique (65%). Cette dilution doit être prise en compte:

c = facteur de dilution d'origine:

50 ml de solution de mesure contiennent 48 ml de solution d'extrait

1000 ml de solution de mesure contiennent 960 ml de solution d'extrait

$$c = \frac{1000}{960} = 1.0417$$

d = matière sèche en % selon la méthode de référence TS

Toute dilution supplémentaire devra être incluse dans le calcul.

$$\mu\text{g Pb/kg matière sèche} = a \cdot b \cdot c \cdot 100 / d$$

19. Résultat

µg Pb/kg matière sèche: pas de décimale

20. Remarques

La mesure d'un blanc, qui a subi la même préparation que les échantillons de sol (méthode NaNO₃-Ex), permettra de mettre en évidence un problème de contamination.

Un contrôle périodique des résultats devrait être effectué lors de la détermination par la mesure:

- d'une solution de calibration préparée à partir d'une solution-mère de plomb indépendante de celle utilisée pour la calibration de l'appareil.
- d'un échantillon de référence de matrice semblable aux échantillons à mesurer.

La température et la durée des différentes étapes du programme de température doivent être ajustées en fonction de l'appareil, de l'âge du four et de la nature des échantillons. Le programme de température se compose du séchage, de la minéralisation, de l'atomisation de la solution injectée et finalement du nettoyage du four à température maximale.

L'ajout de modificateur de matrice empêche les pertes de plomb par volatilisation pendant la minéralisation et l'effet Zeeman (ou la lampe au deutérium) compense les interférences dues au bruit de fond. Ces deux mesures sont essentielles pour l'obtention de résultats valables.

Détermination du Zn dans les extraits au nitrate de sodium (1:2.5)

21. Principe

La teneur en zinc des extraits au nitrate de sodium (Méthode NaNO₃-Ex) est déterminée après une dilution appropriée par spectrométrie d'absorption atomique en flamme.

22. Exécution

Appareils et ustensiles

- (A) Spectromètre d'absorption atomique en flamme, acétylène et air comprimé, lampe à cathode creuse spécifique pour le zinc.
- (B) Appareil de dilution avec jeu de seringues
- (C) Divers ballons jaugés, béchers et récipients
- (D) Balance analytique (0.001 g)

Réactifs

- (1) Eau déionisée (H₂O, conductibilité $\leq 1\mu\text{S}/\text{cm}$, ISO grade 2)
- (2) Acide nitrique p.a. (HNO₃ 65 %, M = 63.01 g/mol)
- (3) Acide nitrique (5 %):
Diluer 55 ml d'acide nitrique (2) dans approximativement 700 ml H₂O (1). Amener ensuite à la marque du ballon jaugé de 1000 ml (C) avec de l'eau (1).
- (4) Solution nitrate de sodium 0.1 M acidifiée avec de l'acide nitrique
Peser 8.50 g nitrate de sodium (NaNO₃ p.a., M = 84.99 g/mol) dans un bécher (C), rincer avec l'eau (1) dans un ballon jaugé de 1000 ml (C) et diluer. Ajouter 40 ml acide nitrique (2) et amener à la marque avec de l'eau (1).
- (5) Solutions standards:
 - (5a) Solution-mère de zinc: 1.000 g Zn/L, prête à l'emploi et de teneur certifiée.
 - (5b) Solution standard de zinc (100 mg Zn/L):
Pipeter 10.0 ml de solution-mère de zinc (5a) dans un ballon jaugé de 100 ml (C) et amener à la marque avec de l'acide nitrique (0.1 M) (4).
- (6) Solutions de calibration:
 - 0 μg Zn/L: nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 200 μg Zn/L: diluer 0.2 ml de solution standard de zinc (5b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 400 μg Zn/L: diluer 0.4 ml de solution standard de zinc (5b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 800 μg Zn/L: diluer 0.8 ml de solution standard de zinc (5b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 2'000 μg Zn/L: diluer 2.0 ml de solution standard de zinc (5b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).
 - 4'000 μg Zn/L: diluer 4.0 ml de solution standard de zinc (5b) à 100 ml avec du nitrate de sodium (0.1 M) (4).

Mode opératoire

Toute la verrerie utilisée sera nettoyée à l'acide nitrique 5 % (3) et rincée à l'eau (1) pour éliminer une contamination possible.

Régler et optimiser le spectromètre (A) selon les directives du fabricant pour la détermination du zinc avec une flamme acétylène/air comprimé. Laisser brûler la flamme 20 minutes, afin d'atteindre les conditions d'équilibre pour la mesure. Régler l'auto-zéro de l'appareil en mesurant la solution de calibration à 0 μg Zn/L. Mesurer ensuite une après l'autre les solutions de calibration et les échantillons. Si la concentration d'un extrait est hors des limites de la calibration, celui-ci sera dilué avec de l'acide nitrique (0.1 M) (4) et mesuré une nouvelle fois.

- Réglages: Longueur d'onde: 213.9 nm
Fente: 0.7 nm
- Flamme: Acétylène/Air (oxydante, bleu et maigre)

23.3. Calcul

Les résultats en $\mu\text{g Zn/kg}$ matière sèche sont calculés de la manière suivante:

a = Teneur en zinc dans la solution ($\mu\text{g Zn/L}$) en fonction de la courbe d'étalonnage.

b = dilution d'extraction:

75 ml de solution d'extrait correspondent à 30 g de sol.

1000 ml = 1 L de solution d'extrait correspondent à 400 g = 0.4 kg de sol.

$$b = \frac{1\text{L}}{0.4\text{ kg}} = 2.5\text{ L/kg}$$

Selon la méthode $\text{NaNO}_3\text{-Ex}$ les extraits du sol sont acidifiés avec 2 ml d'acide nitrique (65%). Cette dilution doit être prise en compte:

c = facteur de dilution d'acide:

50 ml de solution de mesure contiennent 48 ml de solution d'extrait

1000 ml de solution de mesure contiennent 960 ml de solution d'extrait

$$c = \frac{1000\text{ ml}}{960\text{ ml}} = 1.0417$$

d = matière sèche en % selon la méthode de référence TS

Toute dilution supplémentaire devra être incluse dans le calcul.

$$\mu\text{g Zn/kg matière sèche} = a \cdot b \cdot c \cdot 100 / d$$

24. Résultat

$\mu\text{g Zn/kg}$ de sol séché à l'air: une décimale

25. Remarques

La mesure d'un blanc, qui a subi la même préparation que les échantillons de sol (méthode $\text{NaNO}_3\text{-Ex}$), permettra de mettre en évidence un problème de contamination.

Un contrôle périodique des résultats doit être effectué lors de la détermination par la mesure:

- d'une solution de calibration préparée à partir d'une solution-mère de zinc indépendante de celle utilisée pour la calibration de l'appareil.
- d'un échantillon de référence de matrice semblable aux échantillons à mesurer.

Il est conseillé:

- de contrôler l'auto-zéro de l'appareil après la mesure de 10 échantillons
- d'effectuer plusieurs mesures par solution et de prendre la moyenne comme résultat
- de préparer des solutions de 20, 50 et 100 mg Zn/L à partir des solutions-mère et mesurer de la même manière que les solutions d'échantillon. Si la sensibilité de l'instrument est assez grande et la mesure satisfaisante, on pourra baisser les limites de détection.

26. Histoire

Version	Type du changement	nouveau	avant
Version 1.0 (1998)	Établissement méthode		
Version 2.0 (2021)	Fusion des méthodes d'analyses Unités des éléments définies selon OSol éditorial	Unité en $\mu\text{g}/\text{kg}$ matière sèche Publication électronique avec layout différent	Une méthode individuelle pour chaque élément Unité en $\mu\text{g}/\text{kg}$ de sol séché à l'air

Impressum

Éditeur	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Renseignements	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020