

# Préparation des échantillons pour l'ICP-OES

Juin 2020

## 1. Généralités

Les échantillons analysés doivent tous être filtrés (minimum 0.45 $\mu$ m) et acidifiés. Le volume recommandé est de 4mL par échantillon, en principe 3.5mL suffisent.

NB :

- Nebuliseur en peek : 10% TDS au maximum ; 2% recommandés
- Nebuliseur en verre : 1% TDS au maximum ; 0.2% recommandés.

Les échantillons doivent en principe préparés dans de l'acide nitrique 2% comme les STD. Si la matrice est trop différente, prévoir de faire des STD personnalisés dans la même matrice.

NB l'acide Fluorhydrique est strictement interdit sur l'ICP-OES

## 2. Sols et sédiments préparation des échantillons par extraction à l'aquaregia

En principe sur un échantillon séché une semaine dans une étuve à 40°C tamisé à 2mm et broyé.

- Introduire environ exactement 1.0g d'échantillon séché dans un Erlenmeyer de 100 ml
- Ajouter 2-3 ml d'eau milli-Q → obtention d'une pâte
- Ajouter 10 ml de la solution AquaRegia (dans une proportion de 3:1 HCL supra pur et HNO<sub>3</sub> supra pur : respectivement 7.5ml et 2.5ml)
- Fermer l'Erlenmeyer avec un bouchon et laisser reposer la solution durant une nuit, à température ambiante
- Installer les réfrigérants, faire circuler l'eau à un petit débit et mettre la solution à reflux pendant 2h
- Rincer le réfrigérant avec 30ml HNO<sub>3</sub> à 2M ; collecter la solution de rinçage
- Filtrer la solution sur filtre cellulose 45 $\mu$ m directement dans un ballon jaugé de 50 ou 100mL
- Rincer l'erlenmeyer et le filtre avec HNO<sub>3</sub> à 2M
- Compléter le ballon jaugé avec de l'eau MiliQ

- Analyser la solution avec ICP-OES.

### 3. Annexe 2: préparation des échantillons l'hydride : mode spéciation

Les standards et les échantillons pour la spéciation doivent être préparés le jour de l'analyse.

Tous les échantillons et STD doivent être dilués à 50 :50 avec de du tampon citrate 0.4M à pH=5.0 (préparé avec de l'acide citrique mis à pH=5.0 avec NaOH). 8mL de chaque sont nécessaire à l'analyse.

NB : prévoir des volumes suffisant pour les check et en mettre régulièrement.

#### **Préparation du NaBH<sub>4</sub> :**

Peser 0.5g de NaOH dans un flacon en PP ajouter 200mL d'eau MiliQ et les dissoudre

Ajouter 5g de NaBH<sub>4</sub> puis ajouter de l'eau MiliQ jusqu'à un volume final de 1000mL.

Le réducteur NaBH<sub>4</sub> peut être utilisé au maximum 1 semaine après sa préparation.

### 4. Annexe 3 : préparation des échantillons l'hydride : mode analyse de faibles concentrations

Les échantillons pour l'analyse de l'arsenic total peuvent être préparé à l'avance et garder pendant quelques semaines.

Afin d'être sure d'analyser tous l'arsenic une préréduction doit être faite sur tous les échantillons. NB : du moment que les échantillons ont été préréduits ils doivent être analysées au plus vite.

#### **Préparation du NaBH<sub>4</sub> :**

Peser 0.5g de NaOH dans un flacon en PP ajouter 200mL d'eau MiliQ et les dissoudre

Ajouter 5g de NaBH<sub>4</sub> puis ajouter de l'eau MiliQ jusqu'à un volume final de 1000mL.

Le réducteur NaBH<sub>4</sub> peut être utilisé au maximum 1 semaine après sa préparation.

#### **Préparation de la solution 5% KI / acide ascorbique**

Peser 5 g de KI et 5 g d'acide ascorbique dans une bouteille en polypropylène et les dissoudre avec 100 mL d'eau MiliQ.

**Pré-réduction des échantillons :**

Préparer des tubes falcon de 15mL : environ 20 à la fois

Y mettre 4mL d'échantillon, 0.4mL de solution KI acide ascorbique et 1.6mL d'HCl concentré. Laisser réagir le mélange pendant 20 min puis ajuster à 10mL en ajoutant 4mL d'eau purifiée.